

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS
Sección de Químicas



TESIS DOCTORAL

Conductividad térmica de lechos granulares

MEMORIA PARA OPTAR AL GRADO DE DOCTOR
PRESENTADA POR

Ángel Chamero Ferrer

Madrid, 2015

UNIVERSIDAD DE MADRID
FACULTAD DE CIENCIAS
SECCION DE QUIMICAS



UNIVERSIDAD COMPLUTENSE



5322361192

T1

66.0

CHA

623765379

Conductividad térmica de lechos granulares

UNIVERSIDAD COMPLUTENSE - MADRID
Facultad de Ciencias Químicas
BIBLIOTECA
Nº Registro33896.....

MEMORIA DE TESIS

Que para optar al título de
Doctor en Ciencias Químicas,
presenta el licenciado en
Ciencias, D. ANGEL CHAMERO
FERRER.

MADRID, 1972

AGRADECIMIENTOS

El presente trabajo ha sido realizado en la Sección de Moderadores, División de Materiales, Junta de Energía Nuclear de Madrid. El autor se complace en expresar su sincero agradecimiento al Dr. D. José Luis Otero de la Gándara, Jefe de la División de Materiales, por sus valiosas indicaciones a lo largo del trabajo y por haber accedido a presentarlo como Memoria de Tesis de la Universidad de Madrid.

Igualmente se agradece la inestimable ayuda y preocupación en todo momento del Dr. D. Marcos Gispert Benach, Jefe de la Sección de Moderadores, así como la eficaz colaboración en la confección de la Tesis de los Señores D. Luis López Barainca y D. Antonio Castaño Marugán.

Mi agradecimiento se hace extensivo a todo el personal de la Sección que de una manera tan desinteresada ha contribuido al logro de este trabajo.

Por último, manifiesto a la JEN mi agradecimiento por la beca que me fué concedida para la realización del mismo.

INDICE GENERAL

- Introducción.
- Capítulo I.- Teoría de la transferencia de calor en lechos granulares.
- Capítulo II.- Técnicas experimentales.
- Capítulo III.- Resultados experimentales.
- Capítulo IV.- Discusión de los resultados.
- Capítulo V.- Aplicación de los datos obtenidos de conductividad térmica al estudio de problemas industriales de transferencia de calor.
- Resumen general y conclusiones.

INTRODUCCION

El estudio de la transferencia de calor a través de lechos granulares supone generalmente el cálculo de la conductividad térmica del sistema.

La predicción de la conductividad térmica en un sistema gas-sólido es posible, en principio para partículas de forma geométrica simple y sencilla en una determinada disposición espacial si las conductividades de los constituyentes son conocidas.

Sin embargo, para la mayoría de los sistemas reales, las partículas son de formas irregulares, de diversas dimensiones y de disposiciones espaciales desconocidas.

Las relaciones teóricas basadas en modelos idealizados de estos sistemas reales, generalmente relacionan la conductividad térmica del sistema polvo-gas a las concentraciones en volumen de los constituyentes y a las conductividades térmicas de los mismos. Intervienen igualmente los parámetros dimensionales de las partículas y su disposición espacial.

El desconocimiento de estos factores lleva consigo el realizar numerosas experiencias encaminadas a la obtención de unas constantes empíricas, que si bien facilitan el cálculo de los coeficientes de conductividad térmica, no ayudan a comprender los fundamentos de la transmisión de calor en polvos, y a menudo nos lleva a dudar de que tales fundamentos obedezcan a un tratamiento matemático sencillo.

El conocimiento del valor de la conductividad térmica de estos sistemas es necesario para calcular, por ejemplo, el espesor de un aislamiento térmico frío ó caliente, la transmisión de calor a través de una pared refractaria, el enfriamiento ó calefacción de una materia catalítica, el régimen de calefacción de un reactor heterogéneo, el secado de materiales cerámicos, el diseño de columnas de relleno para la rectificación en fase líquida, torres de secado para gases, construcción de materiales refractarios, pérdidas de calor de conducciones subterráneas, las propiedades térmicas de arenas y suelos porosos para el tratamiento térmico experimental de aceite crudo para la producción del petróleo e incluso recientemente para la construcción de reactores atómicos y para la disipación del calor en explosiones nucleares subterráneas.

Procesos industriales tales como la calorífugación de hornos y calderas, el aislamiento térmico a baja temperatura de recipientes de almacenaje de gases licuados, el relleno de columnas de rectificación de elevado poder separador, los reactores de lechos fluidizados, los catalizadores en fase heterogénea, etc. suponen el conocimiento del coeficiente de conductividad térmica del núcleo.

En este trabajo se hace un estudio crítico de las teorías vigentes sobre la transmisión de calor en lechos granulares. Se describe la construcción y puesta a punto de un aparato para la medida de la conductividad térmica de diversos materiales granulares en el intervalo -100 - 1000 °C, 900 °C (en el cual tienen lugar la mayoría de los procesos industriales), variando el grado de empaquetamiento del lecho. Para la mejor caracterización del material ensayado se incluye la distribución del tamaño de partícula, la composición química, densidad y superficie específica de las muestras.

Las conductividades térmicas de los sistemas ensayados se han determinado en régimen estacionario empleando un flujo de calor radial a través del lecho contenido en un cilindro. Se da una estimación del error cometido en las medidas y la reproducibilidad de las mismas.

Los sistemas elegidos para la parte experimental son los formados por mezclas de coque y arena y tetrafluoruro de uranio y magnesio. El primero se emplea como capa calorífuga en los hornos Acheson de producción de grafito, el segundo constituye la carga de un reactor empleado en la metalotermia del uranio. En ambos casos, el conocimiento del estado térmico de las diferentes capas, que supone el cálculo de k_e , es esencial para el buen funcionamiento del proceso y la calidad del producto obtenido. La influencia de la conductividad térmica se pone de manifiesto en un método de cálculo desarrollado que permite estimar el espesor de mezcla calorífuga en el primer caso y el tiempo de calefacción para el cebado de la magnesiotermia en el segundo.

C A P I T U L O I

TEORIA DE LA TRANSFERENCIA DE CALOR EN LECHOS GRANULARES

I N D I C E

- 1.1.- Introducción.
- 1.2.- Ecuaciones teóricas para el cálculo de la conductividad térmica.
 - 1.2.1.- Estructuras geométricas sencillas.
 - 1.2.2.- Flujo de calor lineal.
 - 1.2.3.- Isotermas lineales.
- 1.3.- Factores de que depende la transferencia de calor en lechos granulares.
- 1.4.- Mecanismo de la transferencia de calor en lechos granulares.
 - 1.4.1.- Convección.
 - 1.4.2.- Radiación.
 - 1.4.3.- Conducción.
- 1.5.- Métodos de medida.
 - 1.5.1.- Métodos de flujo de calor longitudinal.
 - 1.5.1.1.- Métodos absolutos.
 - 1.5.1.2.- Métodos comparativos.
 - 1.5.2.- Métodos de flujo de calor radial.
 - 1.5.2.1.- Método del cilindro.
 - 1.5.2.2.- Método de la esfera y del esferoide.
- 1.6.- Bibliografía.

1.1.- Introducción

El número de sistemas que se presentan en la práctica, incluso limitando el número de componentes a un sólido simple y un gas, es muy variado. Por ello la elaboración de una teoría que explique la conductividad térmica en dichos sistemas debe apoyarse por una parte en un conocimiento suficientemente caracterizado de los mismos para comprender el fenómeno básico que gobierna la transferencia de calor, y por otra en la realización de numerosas medidas experimentales que tengan en cuenta el elevado número de variables que intervienen en ella. Dichas medidas permiten comprobar las diferentes hipótesis que intentan predecir la conductividad térmica de un sistema a partir de propiedades del mismo de fácil medida ó bien de los constituyentes puros.

A lo largo de la bibliografía consultada sobre este tema, se advierte que las fórmulas desarrolladas para obtener una expresión de transferencia de calor en lechos granulares, se basan en una estructura primaria de modelos geométricos sencillos, con un flujo de calor dirigido, considerando unas disposiciones ordenadas de las partículas en los lechos. Los métodos empleados para la medida del coeficiente de conductividad son ó bien estáticos cuando las medidas se hacen en condiciones estacionarias, ó bien dinámicos cuando la temperatura es una función del tiempo. Generalmente son más adoptados los primeros ya que son medidos más fácilmente y exigen menos correcciones. Los tipos de aparatos utilizados dependen de la forma en que se quiere medir el flujo, clasificándose en aparatos de flujo plano, radial y cilíndrico. Dentro de cada tipo existen las variantes correspondientes a cada caso particular según el material de que se trate, el techo de temperatura a que hay que llegar, ó el orden de magnitud de la conductividad del lecho.

En este Capítulo se hace una breve exposición de las principales hipótesis que se aplican para calcular la conductividad térmica en lechos granulares, así como una clasificación de los métodos y modelos de aparatos empleados, señalando las características de cada uno de ellos.

1.2.- Ecuaciones teóricas para el cálculo de la conductividad térmica.

1.2.1.- Estructuras geométricas sencillas.

Un sistema granular puede definirse como un medio heterogéneo en el cual las partículas sólidas están rodeadas por un fluido, pudiendo disponerse respecto a él en serie ó en paralelo. En un medio real, parte de las partículas se dispondrán en serie y parte en paralelo, siendo la conductividad térmica efectiva medida un valor medio entre estos dos límites. En un medio en el que se supone que no hay convección en los poros ni radiación entre las superficies de las partículas, la k_e efectiva para estas disposiciones límites viene dada, de acuerdo con Robert L. Gorrington et al. (1) por las expresiones

$$k_e = (1 - V_d) k_c + V_d k_d \quad (1)$$

para capas paralelas y

$$\frac{1}{k_c} = (1 - V_d) / k_c + V_d / k_d \quad (2)$$

para capas en serie, en donde

k_e = conductividad térmica efectiva de las dos fases
 k_c = conductividad térmica de la fase continua
 k_d = conductividad térmica de la fase discontinua
 V_d = fracción en volumen de la fase discontinua

Para una determinada V_d , si k_c y k_d son del mismo orden, la distribución de la fase discontinua en el valor de la conductividad térmica es pequeña. Sin embargo, para la mayoría de los sistemas granulares, k_e es sensiblemente menor que k_d , y la influencia de la disposición relativa de ambas fases es decisiva. Así, para un análisis efectuado de las dos expresiones, se obtiene que para un $V_d = 0.58$ y una relación $k_d/k_c = 50$, k_e para una disposición paralela vale 29 veces k_c , mientras que para una disposición en serie solamente es 2,3 veces k_c . Si, por el contrario, k_d es sólo doble que k_c , el valor de k_e para una disposición laminar es 1,6 veces k_c y para una disposición en serie es sólo 1,4 k_c .

En una disposición real, con las mismas limitaciones de las fórmulas anteriores, Lichtenecker (2) presenta una fórmula empírica, intermedia entre el valor máximo de (1) y el mínimo de (2):

$$k_e = k_d V_d \cdot k_c (1 - V_d)$$

Para una serie de casos concretos, se han desarrollado diversas expresiones teóricas siguiendo un tratamiento matemático riguroso. Así Maxwell (3) obtiene una expresión para la conductividad efectiva de un cuerpo heterogéneo compuesto de esferas distribuidas en una matriz de k_0 diferente:

$$k_e = k_c \left[\frac{k_d + 2 k_c - 2 V_d (k_c - k_d)}{k_d + 2 k_c + V_d (k_c - k_d)} \right]$$

Lord Rayleigh (4) considera el caso en el que las partículas esféricas o cilíndricas se interaccionan entre sí. Para valores pequeños de V_d la ecuación de Rayleigh es análoga a la de Maxwell. Expresiones análogas han sido obtenidas por numerosos investigadores (5, 6, 7, 8), en las que se suponen que las partículas tienen una geometría sencilla. Dichas ecuaciones dan buenos resultados cuando los materiales medidos son materiales celulares.

Sin embargo, aunque el tratamiento matemático es correcto, los modelos creados son tan artificiales que la divergencia con los modelos reales es muy grande. Se acude entonces a soluciones simplificadas, que sacrifican la rigurosidad matemática a la creación de modelos más reales. Las soluciones simplificadas son generalmente de dos tipos: en el primer caso las líneas de flujo de calor se suponen rectas y paralelas y en el segundo las isotermas se suponen planos perpendiculares a la dirección del flujo de calor. La primera suposición condiciona una conductividad nula en los bordes y en direcciones perpendiculares al flujo de calor. Por el contrario, la segunda suposición admite una gran conductividad en los bordes y una gran conductividad en direcciones perpendiculares al flujo de calor.

1.2.2.- Flujo de calor lineal.

Para partículas en forma de cubos en una disposición cúbica, suponiendo un flujo de calor lineal, la expresión para la conductividad térmica efectiva es, según G.S. von Frey (9)

$$k_e = k_c \left[\frac{(1 - V_d^{1/3} + V_d) + \frac{k_c}{k_d} (V_d^{1/3} - V_d)}{(1 - V_d^{1/3}) + \frac{k_c}{k_d} \cdot V_d^{1/3}} \right]$$

encontrándose que los resultados experimentales son 2 ó 3 veces superiores a los deducidos a partir de ella. Deissler y Eian (10) obtienen la siguiente expresión, válida para $V_d = \pi/6$, para la conductividad térmica de partículas esféricas en una disposición cúbica:

$$k_e = k_c \left\{ \frac{\pi}{2 \left(\frac{k_c}{k_d} - 1 \right)^2} \left[\left(\frac{k_c}{k_d} - 1 \right) - \ln \frac{k_c}{k_d} \right] + 1 - \frac{\pi}{4} \right\}$$

mientras que para una disposición de cilindros, para $V_d = \pi/4$, con flujo de calor perpendicular al eje longitudinal, encuentran la fórmula:

$$k_e = k_c \left\{ \frac{\pi}{2 \left(\frac{k_c}{k_d} - 1 \right)} - \frac{\frac{\pi}{2} - \sin^{-1} \left(\frac{k_c}{k_d} - 1 \right)}{\left(\frac{k_c}{k_d} - 1 \right) \left[2 \frac{k_c}{k_d} - \left(\frac{k_c}{k_d} \right)^2 \right]^{1/2}} \right\}$$

Gorring y Churchill (11) desarrollan una expresión para partículas de geometría parecida a paraboloides de revolución, en una disposición cúbica. Los valores así obtenidos están en buen acuerdo con los experimentales, siendo la expresión de la forma

$$k_e = k_c \left[\frac{1.92}{W^{2/3}} \cdot \left(\frac{k_d}{k_c} \right)^{1/3} \right]$$

en donde W es un coeficiente obtenido a través de un balance del volumen de las dos fases. Por último, Willhite, Kuni y Smith (12) obtienen una ecuación basada en un modelo bidimensional cuya expresión es

$$k_e = k_c \left[1 + V_d \left(1 - \frac{k_c}{k_d} \right) + V_d \left(\frac{\Omega}{W} \right) \left(1 - \frac{k_c}{k_d} \right)^2 \right]$$

$$W = \frac{1}{2} \left[\frac{\left(1 - \frac{k_c}{k_d} \right)^2 \sin^2 \beta}{\ln \left[\frac{k_d}{k_c} - \left(\frac{k_d}{k_c} - 1 \right) \cos \beta \right] - \left(1 - \frac{k_c}{k_d} \right) (1 - \cos \beta)} \right]$$

en donde el término Ω es proporcional a la longitud equivalente de paso para la transferencia de calor por conducción a través de una partícula esférica determinada.

1.2.3.- Isotermas lineales.

Para partículas en forma de cubos en una disposición cúbica, considerando isotermas lineales, G.S. son Frey (9) obtiene como expresión de la conductividad térmica efectiva

$$k_e = k_c \left[\frac{\left(1 - V_d^{2/3}\right) + \frac{k_d}{k_c} \cdot V_d^{2/3}}{\left(1 - V_d^{2/3} + V_d\right) + \frac{k_d}{k_c} \left(V_d^{2/3} - V_d\right)} \right]$$

expresión obtenida más tarde por Russell (13) y conocida en la bibliografía como ecuación de Russell. Los resultados obtenidos guardan buena relación con los experimentales para el caso de materiales celulares, pero son bajos en relación con los obtenidos para sistemas granulares, aproximadamente la mitad. Más tarde Laubitz (14) explica estos resultados trabajando con sistemas granulares entre $V_d = 0.290$ y $V_d = 0.475$ de magnesia, alúmina y zirconia, doblando la k_e predicha por Russell y añadiendo un término debido a la radiación. Posteriormente Topper (15) deriva una expresión, válida para V_d comprendido entre 0 y $\pi/6$, para el cálculo de la conductividad efectiva de partículas esféricas en una disposición cúbica, expresión ésta muy parecida a la obtenida por Woodside (16):

$$k_e = k_c \left[1 - \left(\frac{6 V_d}{\pi}\right)^{1/3} \left\{ 1 - \left(\frac{\nu^2 - 1}{\nu}\right) \ln \left(\frac{\nu + 1}{\nu - 1}\right) \right\} \right]^{-1}$$

en donde

$$\nu = \left[1 + \frac{4}{\pi \left(\frac{k_d}{k_c} - 1\right) \left(\frac{6 V_d}{\pi}\right)^{2/3}} \right]^{1/2}$$

Por último Deissler y Boegli (17) han deducido una expresión para la conductividad térmica efectiva de partículas de forma irregular y de disposición diversa usando las ecuaciones de transmisión de calor y métodos estadísticos.

Comparando ambas soluciones simplificadas, la de isotermas lineales y la de flujo de calor lineal, se deduce que, para condiciones análogas, una expresión simplificada para el cálculo de k_e basado en el modelo de flujo de calor lineal da valores más bajos que para el modelo de las isotermas, para una determinada disposición geométrica de partículas. La diferencia depende naturalmente de la relación k_d/k_c y de V_d , ya que al aproximarse estos valores a uno y a cero respectivamente, el valor de k_e coincide con k_c .

1.3.- Factores que afectan a la transferencia de calor en lechos granulares.

La conductividad térmica de un lecho granular depende de la composición química, estructura física y estado de los componentes. No es una constante para cada sistema, sino que puede ser una función compleja de diferentes variables. Los factores que pueden influenciarla han sido estudiados por numerosos investigadores pudiendo resumirse en:

a) composición química (estructura molecular de los componentes puros e impurezas en las soluciones sólidas)

b) estructura física:

- 1.- Porosidad. Espacio total de huecos y forma y dimensiones de los poros con la fase sólida como continua. Forma y dimensiones de los granos con la fase gaseosa continua.
- 2.- Presencia de una fase líquida ó vitrea.
- 3.- Fenómenos de enlaces cerámicos ó sinterización, a altas temperaturas.
- 4.- Anisotropía y efectos direccionales.

c) temperatura.

d) presión.

e) flujo de calor.

f) conductividad térmica de cada fase (fluido y sólido).

g) concentración en volumen de las dos fases.

De todos ellos, ejerce una marcada influencia la estructura física del medio. De una manera general, la conductividad de un medio bifásico (en nuestro caso, gas-sólido) depende de cuál de las dos se puede considerar como fase continua, y cuál es la que puede llamarse discontinua. Un material refractario, en el cual los poros se han producido por la volatilización ó combustión de algún ingrediente durante el calentamiento, es un ejemplo representativo de un sistema bifásico en el que el sólido es la fase continua. En el caso de productos cerámicos densos, donde igualmente puede considerarse la existencia de una fase continua, ha sido estudiado ampliamente por Frank y Kingery, y por Austin (18) y Barrett (19).

Un material granular es, por el contrario, un sistema bifásico en el cual el sólido constituye la fase dispersa y el gas la continua. Materiales tales como nieve, todo tipo de arenas, polvos, etc, son representativos de este tipo de sistema. En general, un material granular tiene una conductividad más baja que otro del mismo material y porosidad, pero con fase continua formada por el sólido.

La conductividad térmica de la mayoría de los metales muestra a temperaturas ordinarias, una disminución lineal pequeña al aumentar la temperatura, pero unos pocos (por ejemplo, aluminio y platino), sufren el efecto contrario, al igual que las aleaciones.

La conductividad térmica de los materiales no metálicos varía considerablemente con la temperatura. La conductividad térmica de muchos materiales cristalinos decrece al aumentar la temperatura, siendo en general proporcional al recíproco de la temperatura absoluta.

La conductividad térmica de un cuerpo amorfo, aumenta, de una manera general, al hacerlo la temperatura. Sin embargo, la dependencia de k con la temperatura no puede predecirse con certeza y los datos obtenidos no pueden ser extrapolados con rigurosidad a otras temperaturas.

Para los sólidos no metálicos la textura física ejerce una gran influencia sobre la conductividad térmica. Estos sólidos se pueden clasificar en dos grandes grupos, sólidos celulares y sólidos granulares. Un sólido celular es un sistema de dos fases en la cual la fase sólida es continua y la fase gaseosa, dispersa. Por el contrario, un material granular es aquél cuya fase continua es la gaseosa, siendo la dispersa la sólida.

1.4.- Mecanismo de la transferencia de calor en lechos granulares.

La transferencia de calor por conductividad a través de la fase sólida de un sistema no es el único modo de transmisión del calor. A ello contribuye también la convección, radiación y conducción a través del gas en los poros. Considerando las partículas como esferas rodeadas por una película de fluido, la transferencia de calor se compone de las siguientes fases:

1ª Transferencia de calor a través del fluido en los poros por conducción y por radiación entre poros continuos.

2ª Transferencia de calor a través de la fase sólida.

a. Transferencia de calor a través de la superficie de contacto de las partículas sólidas.

b. Conducción a través del fluido próximo a la superficie de contacto.

c. Radiación entre las superficies del sólido.

d. Conducción a través de la fase sólida.

1.4.1.- Convección.

La transferencia de calor en materiales porosos por convección natural no ha sido aún investigada directamente. Se supone que la velocidad de flujo en las cavidades de un material poroso es proporcional a la potencia $5/4$ del gradiente de temperatura y a las dimensiones de dichas cavidades. Por consiguiente, la contribución de la convección aumenta con el tamaño del poro y con la temperatura. Medidas indirectas hechas por Verschoor y Greebler (20) parecen indicar que dicha contribución es pequeña en relación con la de la radiación y conducción. No parece, pues, cometerse un error apreciable si se prescinde de la convección.

1.4.2.- Radiación.

La transferencia de calor por radiación ha recibido extraordinaria atención (21, 22, 23, 24). En general, se sugiere que el efecto debido a la radiación está expresado en función de un nuevo coeficiente, K_R , que debe añadirse al coeficiente clásico de la conductividad. Este coeficiente viene determinado por la ecuación

$$K_R = 4 \sigma F D T^3$$

en donde F es una función de las propiedades del material y de su configuración geométrica. Las discrepancias en los distintos valores de K_R dados en la bibliografía se deben a la determinación de F . D es el diámetro medio de las partículas, σ la constante de Stefan-Boltzman y T la temperatura absoluta.

La contribución de la radiación a la transferencia total de calor, aumenta considerablemente con la temperatura, siendo sin duda el mecanismo dominante a temperaturas elevadas. Así, Chen y Churchill (25) indican que el 35 % de la transferencia de calor se debe a la radiación a 1100 °C en un lecho de carburo de silicio granular y un 85% en un lecho móvil de perlas de vidrio. Sin embargo, a bajas temperaturas, la radiación igualmente se considera despreciable.

1.4.3.- Conducción.

En la mayoría de los casos, la conducción es el mecanismo dominante. Abunda en la bibliografía el estudio de este mecanismo (26-32).

Para el sistema bifásico que se estudia, de una manera general, se conocen en función de la temperatura la conductividad térmica de los componentes puros. Si reducimos las dimensiones del poro ó la presión hasta que aquéllas sean del mismo orden que el recorrido libre medio de las moléculas, la conductividad del gas llega a ser una función crítica de estas variables, presión y tamaño de poro.

En principio, el problema de la conducción en un medio bifásico puede resolverse por una integración en serie de ambas fases. En la práctica, la configuración geométrica exacta es a menudo desconocida y por tanto imposible de analizar matemáticamente. Esto hace que se acuda a modelos de geometría sencilla al objeto de poder predecir la k_e de los materiales puros. Igualmente, la variación de la conductividad térmica de los componentes con la temperatura complica extraordinariamente el análisis, recurriéndose muy a menudo al uso de valores medios en un cierto intervalo de temperatura.

1.5.- Métodos de medida.

El estudio de la transferencia de calor implica el conocimiento del coeficiente de conductividad térmica, k , propiedad ésta de un material que determina el gradiente de temperatura bajo un determinado flujo de calor. Su definición está contenida en la conocida ecuación de Fourier

$$Q = -k.A. \frac{dt}{dx} \quad (3)$$

en dónde el flujo de calor por unidad de tiempo, Q , y el gradiente de temperatura, dt/dx , son perpendiculares al área A .

La conductividad térmica puede ser medida por métodos estáticos y dinámicos. En los métodos estáticos las medidas se realizan una vez alcanzadas las condiciones del estado estacionario. La temperatura es sólo función de una coordenada espacial, midiéndose en dos ó más posiciones distintas. La conductividad térmica se determina entonces por simple integración de la ecuación (3).

En los métodos dinámicos, la temperatura es una

función del tiempo, además de la coordenada espacial. Para un medio homogéneo isótropo, sin fuentes de calor, suponiendo la conductividad térmica constante y C_v prácticamente igual a C_p , la fórmula empleada es:

$$\frac{dt}{d\theta} = \tau \left(\frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right) \quad (4)$$

en donde

θ = tiempo

$\tau = \frac{k}{(c_p)\rho}$ = difusividad térmica

ρ = densidad

C_p = calor específico a presión constante.

Bajo estas condiciones, es más corriente determinar k indirectamente a partir de τ . El método requiere medidas rápidas y un conocimiento muy exacto de las condiciones de contorno.

El estudio de la bibliografía sobre conductividad térmica revela que los métodos estacionarios de medida de k son más usados que los métodos no estacionarios; éstos requieren instrumentos muy precisos que registren rápidos cambios de temperatura y el uso de computadores que resuelvan las soluciones de la ecuación (4) más ó menos complejas en relación con las condiciones iniciales y de contorno. Debido a su rapidez pueden medirse materiales tales como nieve, que de otra manera presentarían dificultad. Ross (33) resume los métodos de medida de la conductividad térmica en un excelente trabajo.

En los métodos estacionarios el principal problema que se presenta es el de conseguir un modelo en el que el flujo de calor sea el supuesto en la ecuación 3. Se encuentra a menudo una considerable dispersión entre los valores obtenidos por diversos autores para la k_e de diferentes sustancias. Una de las razones es que para la mayor parte de los materiales no hay un método normalizado, aceptado universalmente, que mida su k_e . Otra razón es que k_e varía considerablemente con la estructura física del material, omitiéndose este dato ó dándose de una manera incompleta en los trabajos publicados, motivando que dos autores encuentren valores muy diferentes para dos materiales aparentemente iguales cuando en realidad no lo son.

De un modo general, cada tipo de sustancia requiere un tipo especial de aparato, que, si bien se rige por los mismos principios, la diversidad de propiedades físicas, químicas y mecánicas de los materiales a medir hacen que dichos principios se puedan combinar de muchas maneras. Entre los métodos de medida de k , el mayor problema que se presenta es obtener un modelo de flujo de calor que coincida con el supuesto en las fórmulas matemáticas de aplicación. Esta dificultad se aborda, bien:

- diseñando un equipo en el cual el calor fluya en la dirección deseada,

- diseñando muestras de material a medir que consigan unos modelos de flujo de tratamiento matemático sencillo,

- ó por derivación de expresiones matemáticas que describan el modelo de flujo de calor de muestras cuya fabricación es conveniente.

Los métodos de medida pueden clasificarse en dos grandes grupos:

- método de flujo de calor radial y
- métodos de flujo de calor longitudinal.

Corrientemente para conseguir un determinado flujo de calor en una dirección se emplean guardas caloríficas cuya temperatura en cada momento sea igual a las porciones de muestra adyacentes. El método generalmente empleado para obtener un modelo de flujo de calor adecuado para poderlo describir matemáticamente es utilizar una muestra que rodee completamente la fuente de calor. Un sistema de estas características puede ser un cilindro de longitud infinita rodeando a una fuente de calor de longitud infinita - siendo entonces la zona de medida la parte central - ó una esfera ó esferoide hueco, rodeando la fuente de calor. En la práctica un cilindro de longitud finita será adecuado cuando su diámetro sea pequeño comparado con su longitud y vaya provisto de las correspondientes guardas caloríficas laterales.

El segundo problema que se encuentra, una vez asegurado un determinado modelo de flujo de calor, es medir dicho flujo. En los métodos estacionarios las medidas se hacen de las siguientes maneras:

- midiendo la cantidad de calor que ha atravesado la muestra.
- midiendo la energía suministrada para calentar la muestra.
- pasando el calor que atraviesa la muestra por otra patrón puesta en serie con ella (método comparativo).

- midiendo toda ó parte de la energía suministrada y del calor perdido en la muestra.

El escoger uno ú otro método depende de diversos factores:

- el orden de la k_e a medir.
- intervalo de temperatura de la medida.
- conductividad eléctrica del material.
- posibilidades de fabricación de muestras en las dimensiones deseadas.

1.5.1.- Métodos de flujo de calor longitudinal.

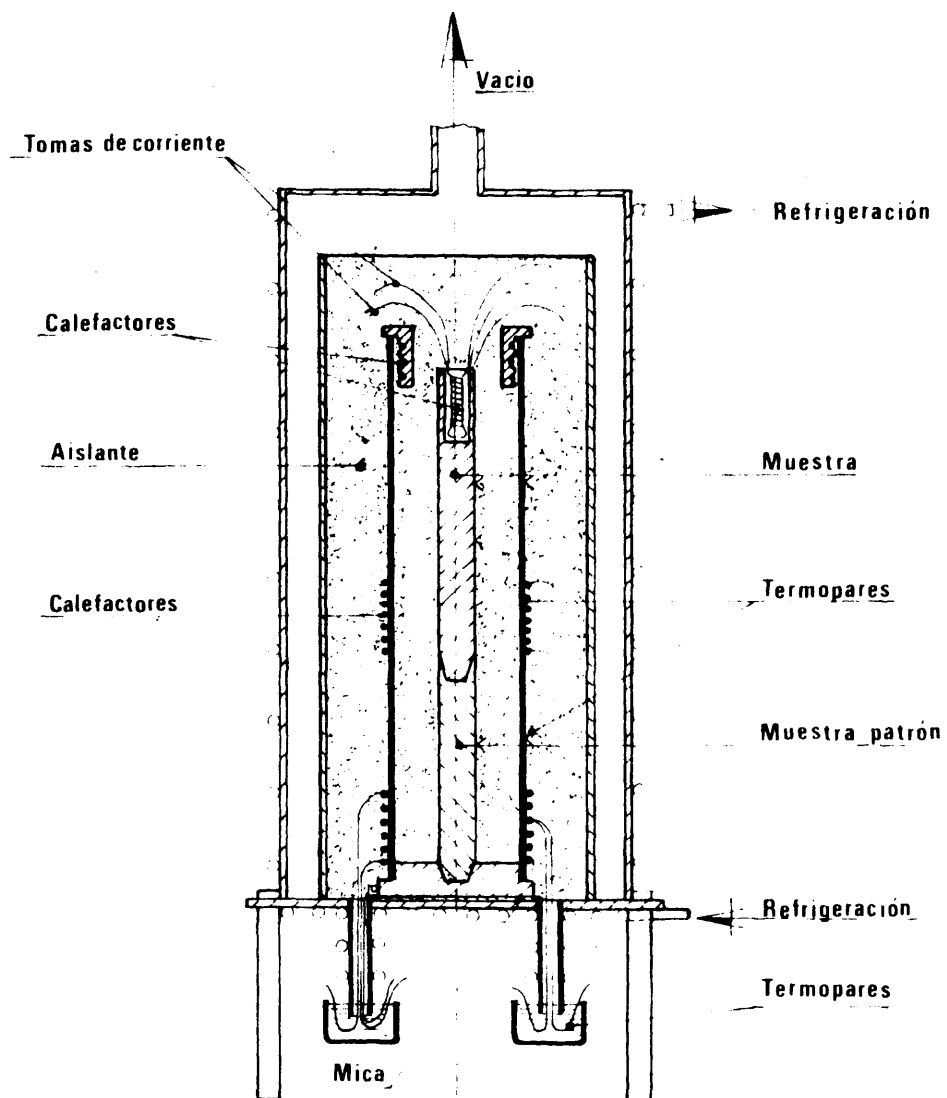
La medida de la k_e por estos métodos comprende la determinación del gradiente térmico en un material de sección uniforme, calentado en una cara, refrigerado en la opuesta y protegido mediante guardas calorífugas de los flujos de calor laterales. El flujo de calor puede medirse directamente (métodos absolutos) ó bien indirectamente (métodos comparativos), siendo este último el más empleado a causa de su simplicidad y de utilizar muestras en general más pequeñas.

1.5.1.1.- Métodos absolutos.

La mayor dificultad estriba en medir la cantidad de calor que atraviesa el material, determinación que generalmente requiere un complicado equipo y un minucioso cuidado en las medidas. Así se suele operar con los metales, en forma de probetas cilíndricas y, en general, con las muestras de k_e elevada. Para materiales de baja k_e , tales como refractarios y aislantes, se fabrican probetas con una sección transversal grande en relación a la dirección del flujo de calor. Dado que los gradientes de temperatura suelen ser grandes, las medidas de las mismas pueden hacerse a cortas distancias, lo que supone el empleo de probetas más pequeñas que en el caso de los metales.

1.5.1.2.- Métodos comparativos.

En los métodos comparativos, los gradientes de temperatura axiales se miden en dos ó más probetas, una de las cuales es la desconocida y la otra es una de referencia cuya k_e se conoce, Fig. I-1. Cuando se consigue el régimen estacionario, el gradiente de temperatura, el flujo de calor, q , y la conductividad térmica k_e vienen dadas por:



ESQUEMA DE UN APARATO DE MEDIDA DE K_p POR METODO COMPARATIVO

Fig. I.1

$$q = \frac{K_1 A_1 \Delta T_1}{\Delta L_1} = \frac{K_2 A_2 \Delta T_2}{\Delta L_2}$$

$$K_2 = K_1 \frac{A_1}{A_2} \cdot \frac{\Delta T_1}{\Delta T_2} \cdot \frac{\Delta L_2}{\Delta L_1}$$

Si bien son métodos más simples que los absolutos tienen el inconveniente de la no uniformidad del gradiente de temperatura a lo largo de las muestras, lo que complica el control de las guardas caloríficas laterales. Igualmente, las superficies de contacto entre las distintas probetas deben estar pulidas al máximo para evitar flujos de calor debido a la resistencia de contacto. Para reducir dicha resistencia se suelen someter las probetas a una ligera presión e incluso se colocan finísimos panes de metales muy conductores, por ejemplo, plata, para favorecer el paso de calor.

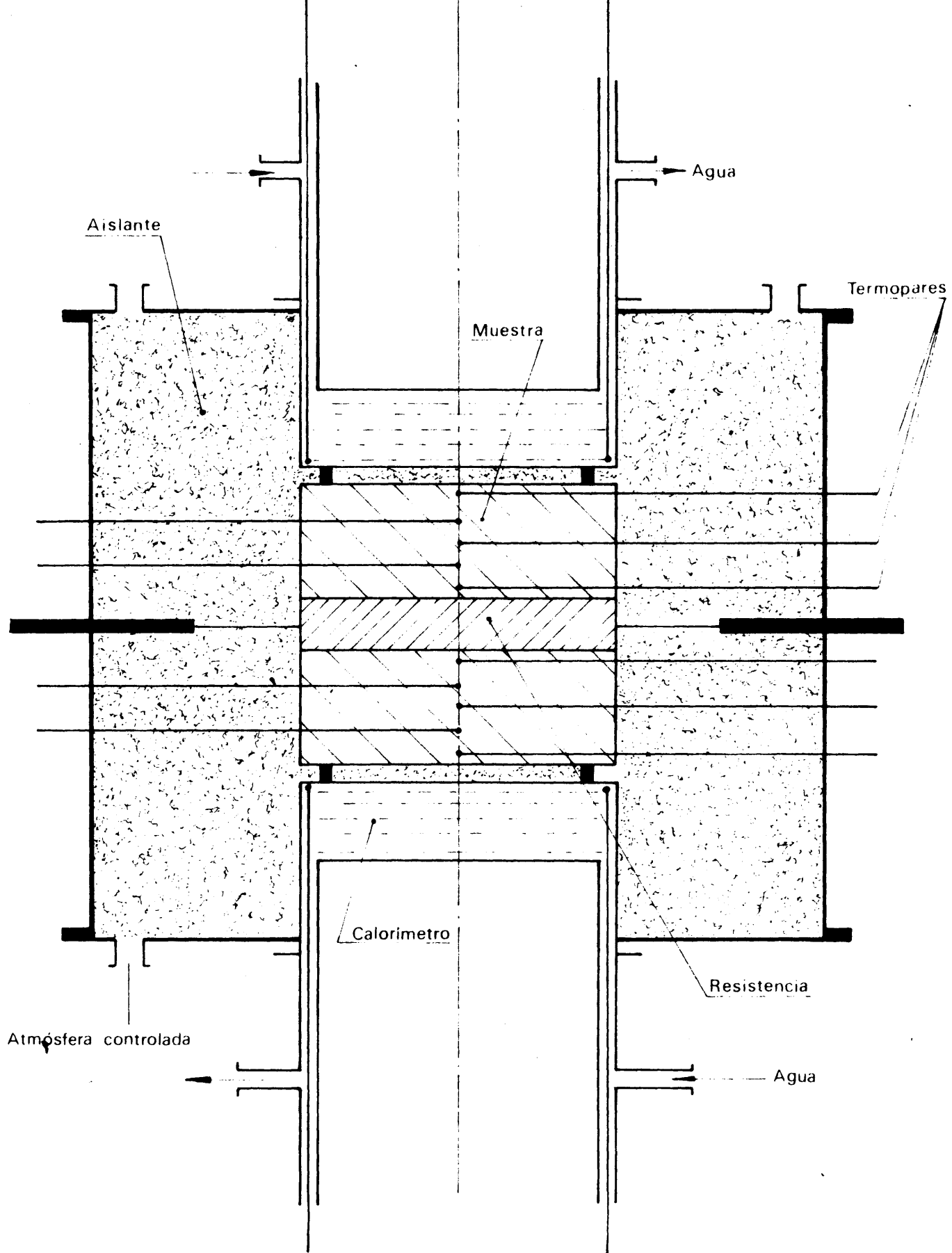
Especialmente importante dentro del grupo de métodos comparativos es el llamado método de la placa, el cual se utiliza en numerosos laboratorios para materiales cuya conductividad térmica sea inferior a 20 Kcal/h.m²°C. El principio de la medida consiste en calentar una muestra paralelepípeda en una de sus caras, refrigerándose la cara opuesta, Fig. 1.2. Las pérdidas térmicas laterales se eliminan mediante el empleo de aislantes adecuados ó bien se compensan mediante el empleo de guardas calorífugas. A menudo el elemento calefactor se coloca a manera de "sandwich" entre dos muestras idénticas, al objeto de lograr una simetría térmica. Este método ha sido empleado por Birch y Clark (34), Weinland (35), Finck (36), Norton (37), Herrmann y Plate (38) y Duplin (39).

1.5.2.- Métodos de flujo de calor radial.

En ellos se miden los gradientes de temperatura en una muestra que rodea a la fuente de calor, siendo las superficies normales al flujo variables con la longitud. De acuerdo con la geometría de la muestra a ensayar se les denomina de cilindro y de esfera ó esferoide.

1.5.2.1.- Método del cilindro.

Siendo t_2 y t_1 las temperaturas medidas en los radios r_2 y r_1 y q el flujo de calor en una longitud l del cilindro, la conductividad térmica k , viene dada por



ESQUEMA DE UN APARATO DE MEDIDA DE K_e POR EL METODO DE LA PLACA

Fig. I.2

$$k = \frac{q \cdot \ln \frac{R_1}{R_2}}{2 \pi l (t_2 - t_1)}$$

El método, Fig. I.3, es simple en concepto, pero presenta algunas dificultades experimentales. Para asegurar unas superficies isotermas en el centro del cilindro, un flujo radial, la relación longitud/diámetro debe ser aproximadamente 4 como mínimo, lo que supone el empleo de muestras grandes, a veces de difícil fabricación. El método se emplea para medir k de metales, de aislantes de tuberías normalmente fabricados con esta forma, para materiales que puedan ser fabricados fácilmente por extrusión y para sistemas granulares.

La potencia suministrada suele medirse eléctricamente, determinando la intensidad y la caída de potencial en una zona, y el gradiente de temperatura se halla mediante el empleo de termopares. Al objeto de obtener gradientes altos de temperatura, el cilindro suele llevar una capa exterior de aislante ó bien estar todo él en un segundo horno. Para temperaturas bajas, como elemento calefactor suele usarse una resistencia central desnuda. Para temperaturas altas, debido a la expansión térmica de la misma y por lo tanto a la no centricidad del alambre, van en el interior de cañas de cerámica que aseguran un flujo radial.

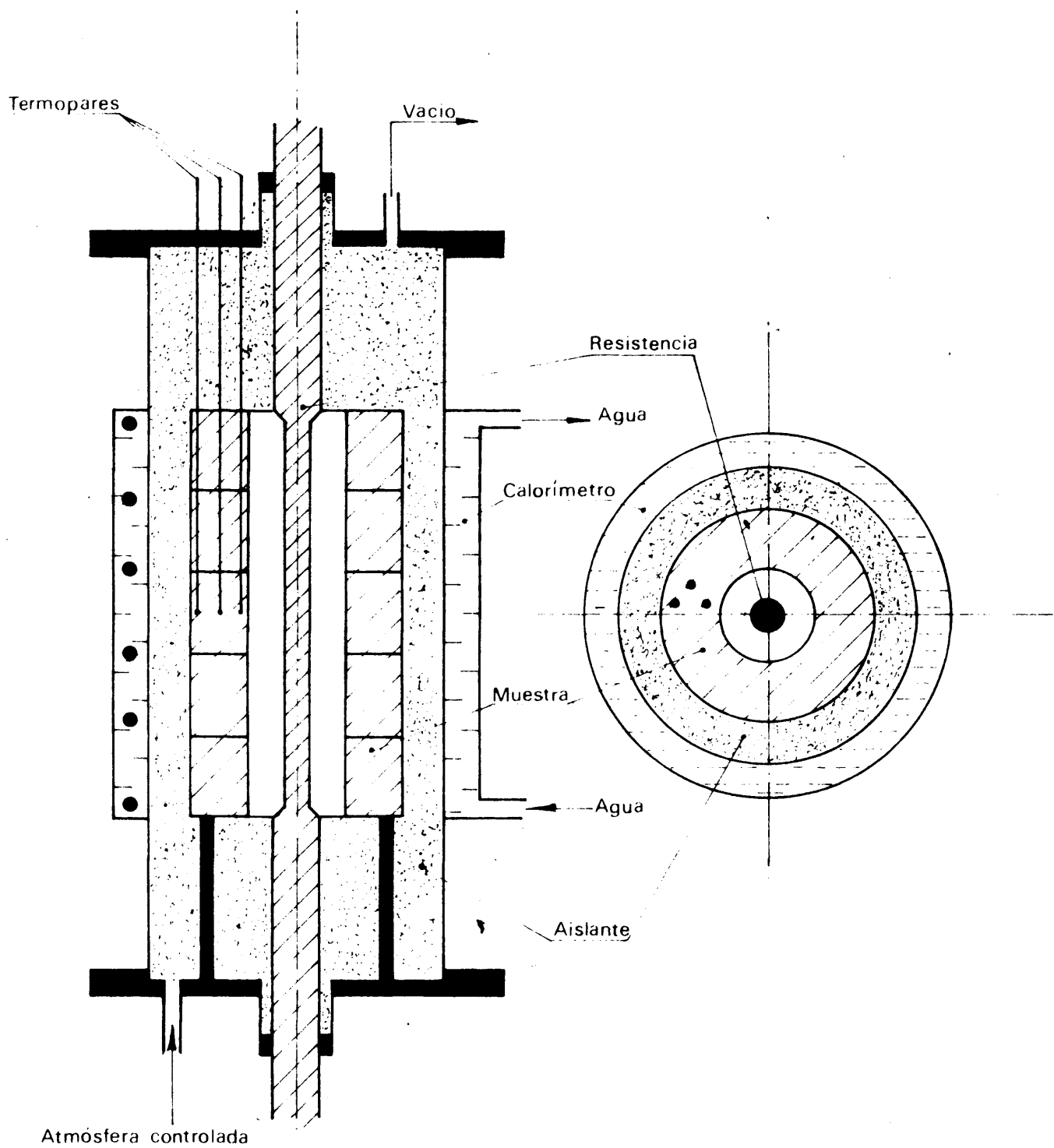
El método del cilindro ha sido empleado por numerosos autores: Adams (40), Powell (41), Kingery (42), Wilkes (43), Kannuluik (44) y Angell (45).

1.5.2.2.- Método de la esfera y del elipsoide.

Tienen la ventaja de emplear pequeñas cantidades de muestra, así como la eliminación de guardas caloríficas. Igualmente se prestan a tratamientos matemáticos sencillos y exactos del flujo de calor. Sin embargo, el método no ha sido muy empleado debido a la dificultad de conseguir muestras adecuadas en la forma deseada.

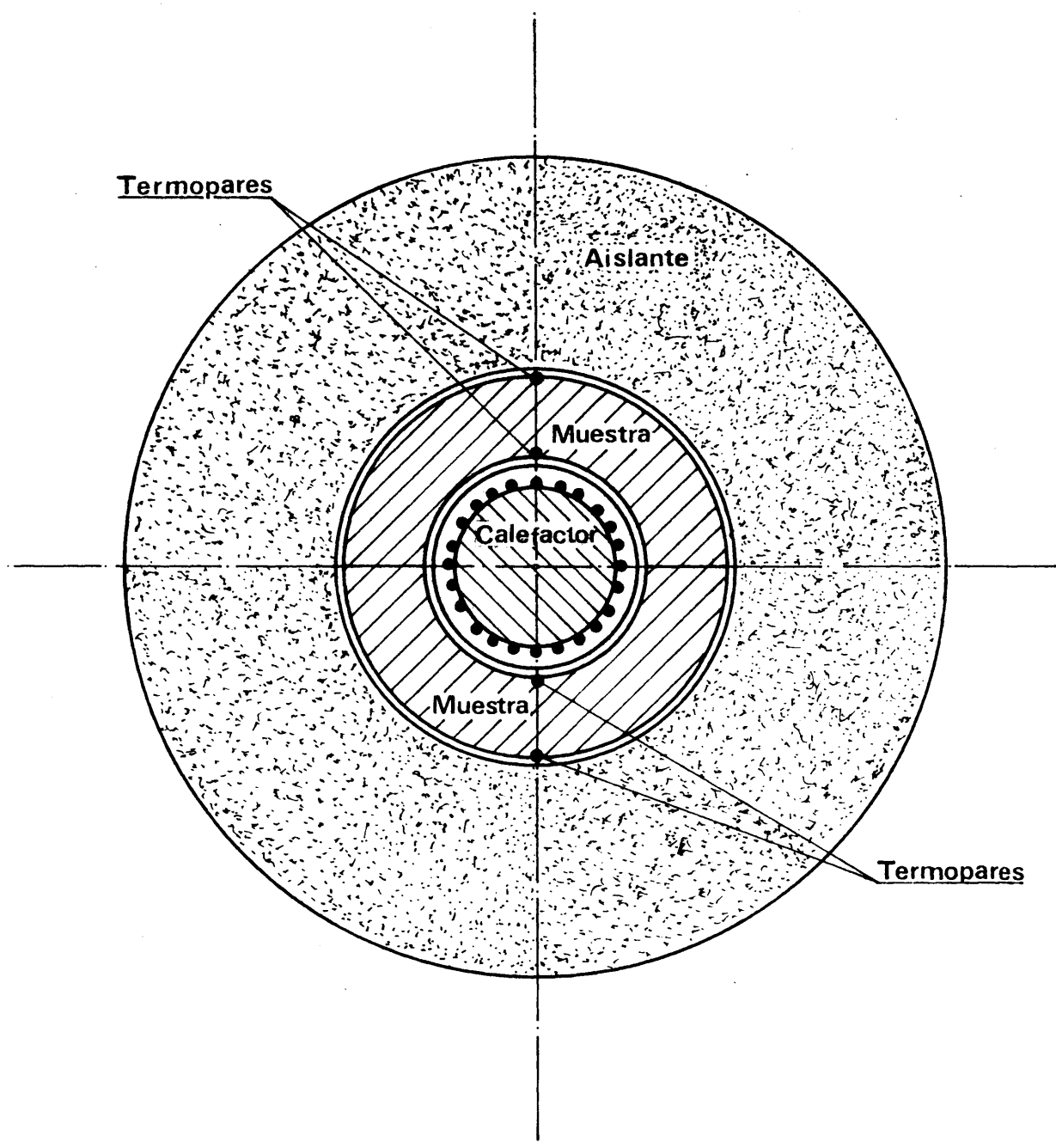
Para conseguir la distribución del flujo calorífico supuesto es necesario que tanto la superficie exterior como la interior sean esferas concéntricas e isotermas. El gradiente de temperatura se consigue rodeando la especie a medir por una capa aislante, igualmente esférica y con un resistor adecuado, siguiendo el mismo criterio expuesto.

Para una esfera hueca que rodea completamente una fuente de calor de temperatura uniforme, Fig. I.4, en el -



ESQUEMA DE UN APARATO DE MEDIDA DE K_e POR EL METODO DEL CILINDRO

Fig. I.3



ESQUEMA DE UN APARATO DE MEDIDA DE K_e POR EL METODO DE LA ESFERA

Fig. I.4

cual la temperatura se mida en dos diámetros, la k_e viene dada por la expresión:

$$k_e = \frac{\left(\frac{1}{D_2} - \frac{1}{D_1} \right) q}{2 \pi (t_2 - t_1)}$$

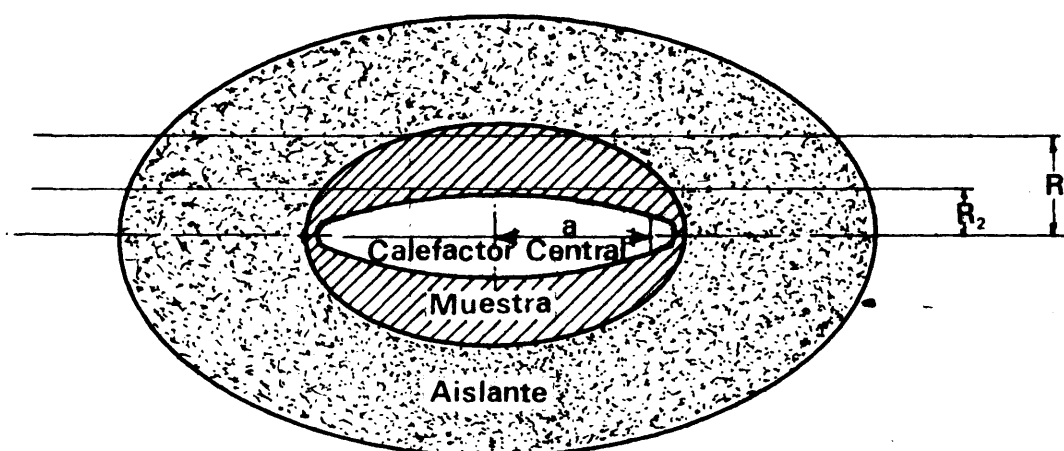
Los errores del método se deben a no tener un flujo completamente radial y ello puede ser motivado por la radiación a través de las juntas entre las dos secciones ó a las pérdidas por conducción a través de los hilos de los termopares y del elemento calefactor. Este debe ser totalmente concéntrico, y a temperaturas bajas, un deficiente contacto entre la pared exterior del calefactor y la muestra es causa de error, al crear puntos de resistencia. Al elevarse la temperatura, la gran cantidad de calor cedido por radiación minimiza este problema.

Pueden efectuarse las medidas fácilmente en atmósfera controlada, a vacío ó a presión. En la figura citada puede verse un esquema de un aparato general. Dos hemisferios cilíndricos refrigerados encierran la muestra a medir, que se coloca entre las dos esferas. Los termopares se colocan en el interior de la muestra, a distancias bien definidas del eje. La duración de las medidas no ocupa demasiadas horas, según la naturaleza del material a ensayar; el error en los resultados es generalmente inferior a un 10 %, pudiéndose llegar con facilidad a los 1000 °C. El método se aplica igualmente a la medida a bajas temperaturas, hasta incluso -190 °C. El método de la esfera ha sido empleado por Kingery (42), Eukem y Laube (46), Codegone (47) y Winkler (48).

Un método similar es el del elipsoide (Fig. I.5). La conductividad térmica se calcula a partir de la potencia suministrada, q , y la temperatura en dos radios sobre el eje menor por la relación

$$k = \frac{q \ln \frac{[(a^2 + R_2^2)^{1/2} + a] [(a^2 + R_1^2)^{1/2} - a]}{[(a^2 + R_2^2)^{1/2} - a] [(a^2 + R_1^2)^{1/2} + a]}}{8 \pi a (t_2 - t_1)}$$

Los problemas son idénticos a los encontrados en la esfera, localizándose la zona de medida a lo largo del eje menor, lo que permite el empleo de muestras aún más pe-



ESQUEMA DE UN APARATO DE MEDIDA DE K_e POR EL METODO DEL ELIPSOIDE

Fig.1.5

queñas que en el caso de la esfera. Para un flujo de calor uniforme en este sistema se requiere que igual cantidad de calor se genere en el calefactor a igual distancias a lo largo del eje de rotación, y que las superficies interior y exterior tengan los mismos focos que el calefactor. Las temperaturas pueden medirse por termopares, perfectamente localizados ó por pirometría. Este método ha sido empleado por Adams (49) y McQuarrie (50) entre otros.

Para medidas a altas temperaturas, a presión ó a vacío se prefiere el método del cilindro. Es más preciso - que el método de la placa para materiales aislantes (k_e menor que 1 Kcal/h. m.²C), ya que se controlan mejor las pérdidas calorífugas. No es adecuado en cambio para materiales buenos conductores (k_e superior a 20 kcal/h.m.²C), debido a los pequeños incrementos de temperatura sobre la muestra.

1.6.- Bibliografía.

1. Robert L. Gorring y al., Chem. Eng. Progr. July (1961).
2. Lichtenecher K., "Physikalische Zeitschrift", 27, 115-158 (1926).
3. Maxwell, J.C., "A Treatise on Electricity and Magnetism" Vol. 1, 3 rd. ed., Oxford Univ. Press, London 1892, p. 440.
4. Rayleigh, Lord, "The Phylosophical Magazine", 34, 481-502, 1892.
5. Burgers, H.C. "Physikalische Zeitschrift", 20, 73-75 (1919).
6. Fricke, H. "The Physical Review", 24, 575-587 (1924).
7. Meredith, R.E. y Tobias, C.W. "Journal of Applied Physics", 31, 1270-1273 (1960).
8. Meredith, R.E. y Tobias, C.W., Journal of the Electrochemical Society, 108, 286-290 (1961).
9. son Frey, G.S. "Zeitschrift fur Electrochemie", 38, 260-274 (1932).
10. Deisler, R.G. y Eian, C.S., "Investigation of Effective Thermal Conductivity of Powders", National Advisory - Committee for Aeronautics, NACA RM E5200 (June 24, 1952).
11. Gorring, R.L. y Churchill, S.J. "Chemical Engineering Progress", 57, 53-59 (1961).
12. Willhite, G.P., Kunii, D., y Smith, J.M. "A.I.Ch.E. Journal", 8, 340-345 (1962).
13. Russell, H.W. "Journal of the Am. Cer. Soc." 18, 1-5 (1935).
14. Laubitz, M.J. "Canadian Journal of Physics" 37, 798-808, (1959).
15. Topper, L. "Industrial and Engineering Chemistry", 47, 1377-1379 (1955).

16. Woodside, W. "Canadian Journal of Physics", 36, 815-823 (1958).
17. Deissler, R.G. y Boegli, J.B. Transactions of the Am. Soc. of Mechanical Eng., 80, 1417-1425 (1958).
18. Austin, J.B., "Factors Influencing the Thermal Conductivity of Nonmetallic Materials", American Society for Testing Materials. Symposium on Thermal Insulating Materials, Philadelphia, 1939.
19. Barrest, L.R., Transactions of the British Ceramic Society, 48, 235-262 (1955).
20. Verschoor, J.D. y Greebler, P., Trans. A.S.M.E., 74, 961 (1952).
21. Argo, W.B., y J.M. Smith, Chemical Eng. Prog., 49, 443 (1953).
22. Schotte, W., A.I.Ch.E. Journal, 6, 63 (1960).
23. Larkin, B.K., y S.W. Churchill, A.I.Ch.E. Journal, 5, 467 (1959).
24. Hill, F.B. y R.H. Wilhelm, A.I.Ch.E. Journal, 5, 486 (1959).
25. Chen, J. y S.W. Churchill, "Raidant Heat Transfer in Packed Beds", Cleveland, Ohio, A.I.Ch.E., Mayo 1961.
26. Laubitz, M.J., Can. J. Phys., 37, 798, (1959).
27. Deisler, R.G., Trans. A.S.M.E., 80, 1417 (1958).
28. Rayleigh, L., Phil. Mag., V. 34, 481 (1892).
29. Woodside, W., Can. J. Phys. 36, 815 (1958).
30. Russell, H.W., J.Am.Ceram.Soc. 18,1 (1935).
31. Kunii D. y Smith J.M., A.I.Ch.E. Journal 6, 71 (1960).
32. Tsao, G.T., Ind. Eng. Chem., 53, 395 (1961).
33. Ross, A.M. "A literature survey on the measurement of thermal conductivity of several solids including UO_2 ", Atomic Energy of Canada, Limited, CRFD-762, (marzo 1958)
34. Birch, F. y Clark H. "The Thermal Conductivity of Rocks and Its Dependence on Temperature and Composition", Amer. J.Sci., 238, 529, 613 (1940).
35. Weinland, C.E., "A Method of Measuring Thermal Conductivity at Furnace Temperatures", J.Amer.Ceram.Soc. 20, 378 (1937).
36. Finck, J.L "Improved Apparatus for Measuring Conductivities of Refractories at High Temperatures" J. Amer. Ceram. Soc. 20, 378 (1937).
37. Norton, C.L. Jr. "Apparatus for Measuring Thermal Conductivity of Refractories", J. Amer. Ceram. Soc., 25, 451 (1942).
38. Herrmann, E.M., Plate, R.B. "Automatic Control of Thermal Conductivity Apparatus", ASTM Bull., 170, p. 69, T.P. 295-300 (1950).
39. Duplin, V.J. Jr., y Fitzsimmons E.S. "Improved Design of Apparatus for Measuring Thermal Conductivity of Refractories and Insulation at High Temperature", J.Amer. Soc. 35, 226 (1952).
40. Adams, M. y Loeb, A.L., "Thermal Conductivity: II, Development of a Thermal Conductivity Expression for the Special Case of Prolate Spheroids", J.Amer.Ceram.Soc., 37 (2), 73 (1954).

41. Powell, R.W. y Schofield, F.H., "Thermal and Electrical Conductivities of Carbon and Graphite to High Temperatures" Proc. Physc. Soc. (London) 51, 153 (1939).
42. Kingery, W.D. "Thermal Conductivity, VI, Determination of Conductivity of Al_2O_3 by Spherical Envelope and - Cylinder Methods", J.Amer.Ceram.Soc., 37, 88 (1954).
43. Wilkes, B. "Heat Insulation", John Wiley and Sons, N. Y. (1950).
44. Kannuluik W.G. y Martin L.H., "Conduction of Heat in Powders", Proc.Roy.Phys.Soc." (London), A1A1, 144, (1933).
45. Angel M.F., "Thermal Conductivity at High Temperature", Phys. Rev., 33, 421 (1911).
46. Buken A. y Laube, H., "Measurement of Thermal Conductivity of Refractory Materials at High Temperatures", Ton ind. ztg. 53, 1599 (1929).
47. Codegone C., "Un Apparecchio per la Misura Della Condut-tibila Cermica dei Repattari" Ricerca Scientifica Ri-costruz, 10, 701 (1939); *ibid.*, 16, 286 (1946).
48. Winckler, J.R., "Spherical Furnace Calorimeter for Di-rect Measurement of Specific Heat and Thermal Conducti-vity", J. Amer. Ceram. Soc., 26, 339 (1943).
49. Adams, M. "Thermal Conductivity: III, Isolate Spheroidal Envelope Method; Data for Al_2O_3 , BeO , ThO and ZrO_2 ", J. Amer. Ceram. Soc. 37, (2), 74 (1954).
50. McQuarrie, M., "Thermal Conductivity: V, High Tempera-ture Method and Results for Alumina, Magnesia and Bery-lia from 1000 °C to 1800 °C "J. Amer. Soc. 37 (2), 84 (1954).

C A P I T U L O I I

T E C N I C A S E X P E R I M E N T A L E S

I N D I C E

- 2.1.- Introducción.
- 2.2.- Descripción del método.
 - 2.2.1.- Teoría.
 - 2.2.2.- Procedimiento.
- 2.3.- Descripción del aparato.
 - 2.3.1.- Horno.
 - 2.3.2.- Instrumentación.
 - 2.3.2.1.- Calefacción central.
 - 2.3.2.2.- Equipo de medida de temperaturas.
 - 2.3.3.- Modificaciones introducidas para la medida de la conductividad térmica del UF₄.
- 2.4.- Técnica.
- 2.5.- Calibrados.
 - 2.5.1.- Calibrado de termopares.
 - 2.5.2.- Calibrado de la calefacción de la carcasa.
 - 2.5.3.- Calibrado del horno.
 - 2.5.4.- Calibrado del potenciómetro.
- 2.6.- Caracterización de los materiales.
 - 2.6.1.- Procedencia.
 - 2.6.2.- Análisis químico.
 - 2.6.3.- Densidad de relleno.
 - 2.6.4.- Grado de empaquetamiento.
 - 2.6.5.- Superficie específica.
 - 2.6.6.- Porosidad.
 - 2.6.7.- Granulometría.
 - 2.6.8.- Observación microscópica.
- 2.7.- Estimación de errores.
 - 2.7.1.- Error de flujo de calor longitudinal.
 - 2.7.2.- Error de excentricidad.
- 2.8.- Bibliografía.
- 2.9.- Apéndice A

2.1.- Introducción.

Para elegir el método más adecuado entre los que corrientemente se emplean en la medida de la conductividad térmica de un sistema sólido-gas, enumerados en el apartado 1.5 del Capítulo I, se ha seguido el criterio basado en las siguientes premisas:

- naturaleza de los sistemas experimentados
- estado físico de los mismos
- nivel térmico propuesto
- grado de exactitud necesario

De la consideración de estos factores se ha deducido que el método más conveniente es el que mide el flujo de calor radial en una disposición cilíndrica bajo condiciones estacionarias. En líneas generales se ha seguido el modelo del aparato empleado por D.R. Flynn (1) adaptándolo a las condiciones particulares de los sistemas experimentados, con las modificaciones que se describirán, aconsejadas por la experiencia.

Al terminar la construcción del aparato y hechos los calibrados previos de termopares y calefacciones, antes de proceder al estudio experimental de mezclas de conductividad desconocida, se ha comprobado la marcha del mismo con tierra de diatomeas y con alúmina, de cuyos datos se dispone en la bibliografía. Como se verá, la concordancia de resultados obtenidos es suficientemente buena como para esperar que el aparato sea capaz de suministrar valores representativos.

La caracterización de los sistemas experimentados se hizo por granulometría, análisis químico, superficie específica, porosidad, diámetro medio y grado de empaquetamiento. Al final del Capítulo se hace una estimación justificada de los errores más probables debidos al flujo de calor longitudinal y a la posible excentricidad del elemento de calefacción central.

2.2.- Descripción del método.

El método elegido para la parte experimental de este trabajo es el que mide el flujo de calor radial en un cilindro en régimen estacionario.

2.2.1.- Teoría.

Para hallar la expresión que da la conductividad térmica en estas condiciones, emplearemos la ecuación básica de la transmisión de calor por conducción, ó ecuación de Fourier:

$$q = k \cdot \frac{A}{L} \cdot \frac{dt}{dx} \quad (1)$$

que para un dispositivo cilíndrico adopta la forma de

$$q = -k \cdot L \cdot 2\pi r \frac{dt}{dr} \quad (2)$$

siendo q el flujo de calor, L la longitud del cilindro, k la conductividad térmica y $\frac{dt}{dr}$ el gradiente de temperatura.

En general, k variará con la temperatura, aunque en la mayoría de los casos para intervalos relativamente pequeños puede considerarse como una función lineal de temperatura, esto es:

$$K = K_2 [1 + \alpha (t - t_2)] \quad (3)$$

$$K_1 = K_2 [1 + \alpha (t_1 - t_2)] \quad (4)$$

en donde K , K_1 y K_2 son las conductividades térmicas a las temperaturas T , T_1 y T_2 , siendo α el correspondiente coeficiente lineal de variación de k con la temperatura.

Igualmente se tiene que:

$$K_m = \frac{K_1 + K_2}{2} = K_2 + \frac{K_2 \alpha}{2} (t_1 - t_2) \quad (5)$$

Sustituyendo (3) en (2) se obtiene:

$$q = -K_2 [1 + \alpha (t - t_2)] L \cdot 2\pi r \frac{dt}{dr} \quad (6)$$

Integrando entre r_1 y r_2 :

$$\frac{q}{L \cdot 2 \cdot \pi} \int_{r_1}^{r_2} \frac{dr}{r} = \int_{t_1}^{t_2} -K_2 [1 + \alpha (t - t_2)] dt =$$

$$= -k_2 \left[(t_2 - t_1) + \frac{\alpha}{2} (t_1^2 - t_2^2) - \alpha t_2 (t_2 - t_1) \right]$$

$$\frac{q}{2\pi L} \ln \frac{r_2}{r_1} = k_2 (t_2 - t_1) \left[-1 - \frac{\alpha}{2} (t_2 - t_1) + \alpha t_2 \right]$$

de donde

$$\frac{q}{2\pi L} \ln \frac{r_2}{r_1} = k_2 (t_2 - t_1) \left[-1 - \frac{\alpha}{2} (t_1 - t_2) \right]$$

y usando la ecuación 5, se obtiene para el flujo de calor por unidad de tiempo y longitud la expresión:

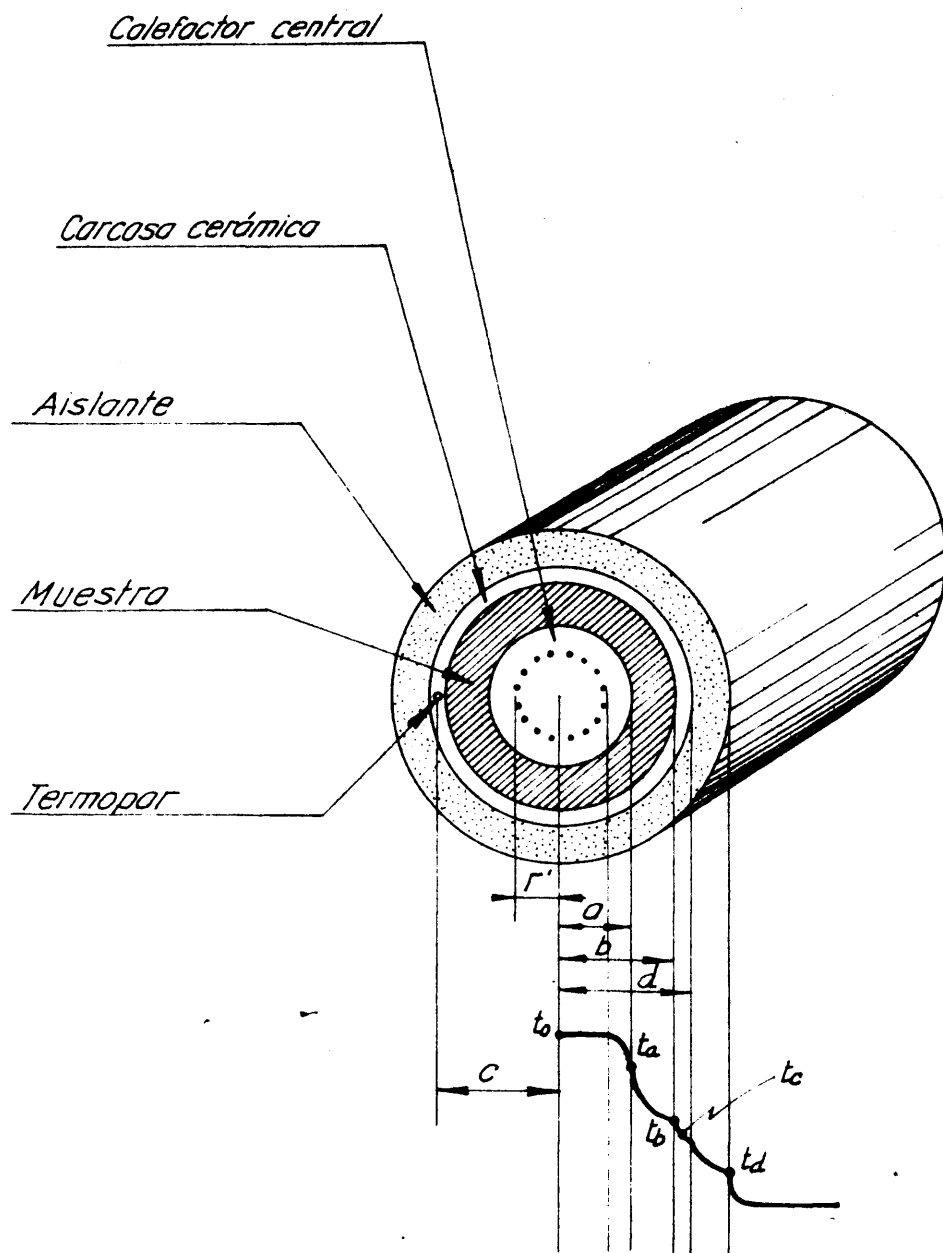
$$q = -k_m \cdot 2\pi \cdot \frac{t_1 - t_2}{\ln r_1 - \ln r_2} \quad (7)$$

Así pues, para dos medidas de la temperatura en los radios r_1 y r_2 y conocida la cantidad de calor producida, obtenemos un valor de k_m para ese intervalo de temperaturas. En el aparato, las temperaturas se toman en el centro y a una distancia c , dentro de la carcasa. Estas temperaturas, t_o y t_c , hay que relacionarlas con T_a y T_b , que son las que interesan conocer (Fig. II.1).

Si no hay generación ni pérdidas de calor dentro de la región limitada por el círculo de resistencias en donde $r < r'$, y siendo despreciable la resistencia de contacto entre las dos regiones, la temperatura media en el eje se puede tomar igual a la temperatura media del radio del círculo de resistencias calefactores, r' . El flujo de calor por unidad de longitud hacia la superficie de calefactor vendrá dado por:

$$q = \frac{2\pi K_c (T_o - T_a)}{\ln \frac{a}{r^2}} \quad (8)$$

en donde T_o es la temperatura medida en el eje del calefactor y k_c es la conductividad térmica del material correspondiente a una temperatura media de $\frac{T_o + T_a}{2}$



PERFIL DE TEMPERATURAS

Fig.II.1

De igual manera, para la carcasa cerámica se tiene:

$$q = \frac{2 \pi k_s (T_b - T_c)}{\ln \frac{c}{b}} \quad (9)$$

en donde T_c es la temperatura medida a $r = c$, y k_s es la conductividad térmica del material cerámico a una temperatura media de

$$\frac{T_o + T_o}{2}$$

Despejando los incrementos de temperatura en (7) (8) y (9), haciendo $r_1 = a$, $r_2 = b$ y sumando:

$$q \frac{\ln \frac{b}{a}}{2 \pi k_m} + q \left[\frac{\ln \frac{c}{b}}{2 \pi k_s} + \frac{\ln \frac{a}{r}}{2 \pi k_c} \right] = T_o - T_c$$

de donde

$$k_m = \frac{q \ln \frac{b}{a}}{2 \pi \left[T_o - T_c - q \left(\frac{\ln \frac{c}{b}}{2 \pi k_s} + \frac{\ln \frac{a}{r}}{2 \pi k_c} \right) \right]} \quad (10)$$

fórmula que permitirá en función de los datos q , T_o y T_c , encontrar la conductividad térmica media en ese intervalo.

2.2.2.- Procedimiento.

Para materiales no rígidos, por ejemplo sistemas granulares, la muestra se coloca entre dos tubos concéntricos. El interior sirve de calefactor, generalmente de origen eléctrico, proporcionando el flujo radial de calor. Es conveniente cubrir el elemento calefactor con otro tubo de buena conductividad térmica, al objeto de homogeneizar la temperatura de la superficie del calefactor.

El uso de una fina resistencia como elemento calefactor -método Schleiermacher (2)- no es recomendable a temperaturas altas ya que el alambre puede combarse debido a la expansión térmica, perturbando la simetría del sistema. Lo más corriente es el empleo de calefactores de platino metidos en tubos de materiales que, resistiendo bien las temperaturas altas, sean buenos conductores del calor (1, 3, 4, 16). Igualmente se ha empleado como calefactor central barras de carbón ó grafito (5,5) rodeados de un tubo cerámico.

Se debe conocer la temperatura en dos puntos de un diámetro. En general, la zona de medida es la central, tomándose una media de varias lecturas, colocando una serie de termopares distribuidos radialmente en un plano perpendicular al eje del cilindro. Por los extremos del cilindro se pierde calor si el flujo de calor es longitudinal. Una manera de reducir su efecto consiste en trabajar con un cilindro lo suficientemente largo para que las pérdidas en los extremos no perturben la zona central ó de medida (7). Otra disposición más frecuente es colocar guardas calorífugas que estén al mismo nivel térmico que los extremos del cilindro.

Para alcanzar temperaturas altas sin un gradiente de temperatura entre los dos termopares de medida demasiado grande, suele colocarse el conjunto de ambos cilindros dentro a su vez de otro que actúa de aislante ó bien de un horno.

2.3.- Descripción del aparato.

El conjunto del aparato está fotografiado en la figura II.2. En la parte central puede distinguirse el horno que contiene las muestras, rodeado por los aparatos de instrumentación eléctrica para el suministro de energía y de medida de las temperaturas.

2.3.1.- Horno.

En la figura II.3 se muestra una sección vertical del mismo. Consta esencialmente de dos tubos concéntricos entre los cuales se coloca la muestra problema cuya conducción térmica se quiere medir. El interior es el calefactor central, tiene 12,7 mm \varnothing y 460 mm de longitud y es de mullita. Lleva un taladro central de 2,5 mm por donde se puede desplazar la cabeza de un termopar con objeto de medir la temperatura a lo largo del mismo. Muy cerca de la periferie y distribuidos uniformemente formando una corona circular lleva este tubo 16 taladros longitudinales de 0,08 mm de \varnothing cada uno, formando sus centros un radio de 0,43 cms. Estos taladros alojan la resistencia calefactora, que suministrará el flujo de calor radial a lo largo del horno. Dicha resistencia recorre el calefactor a lo largo de los 16 taladros longitudinales, saliendo por la parte superior. Se hicieron numerosas pruebas con resistencias muy diversas a base de Kanthal, Nicrome, Wolframio, etc. para trabajar a

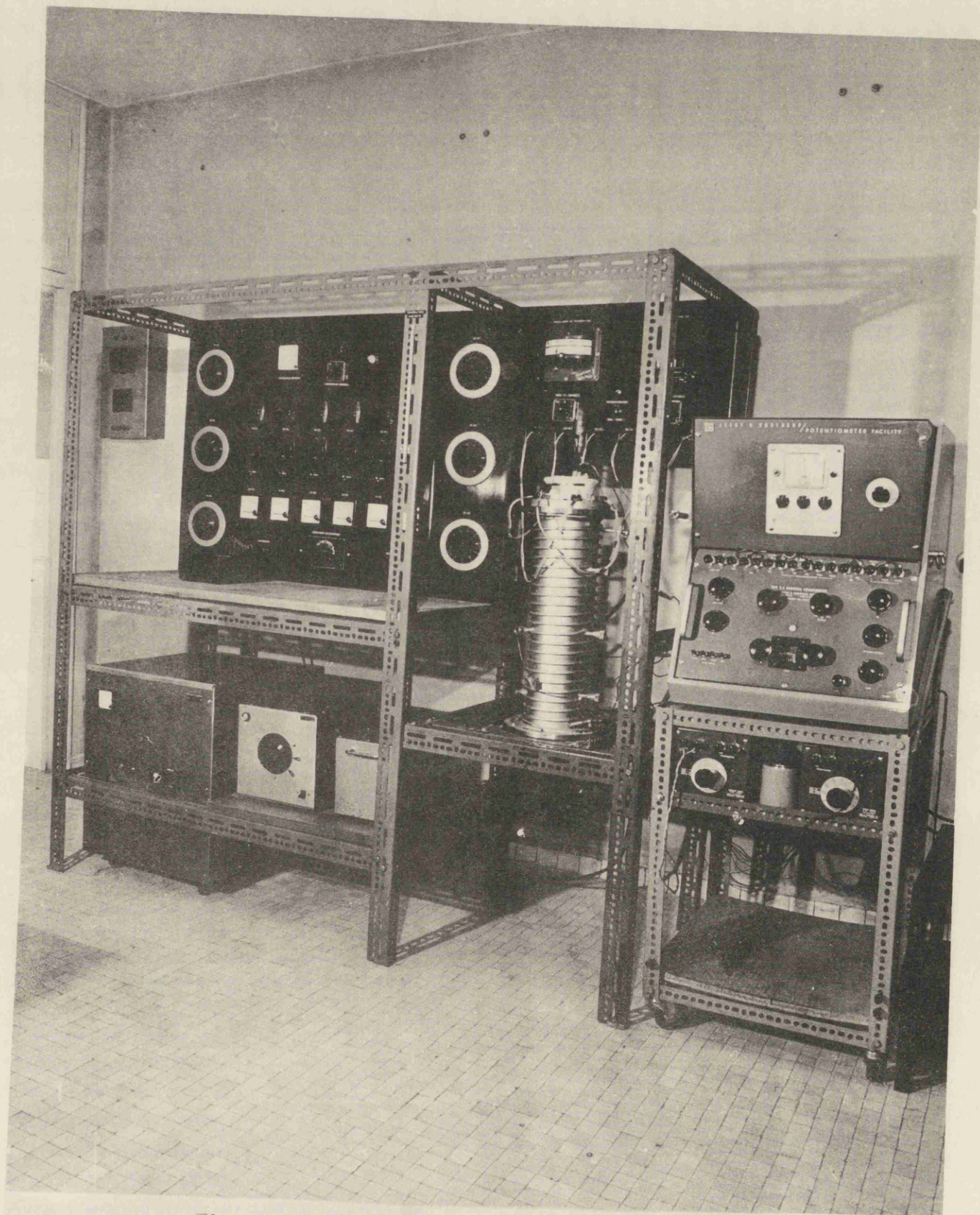


Fig. II-2. EQUIPO DE CONDUCTIVIDAD TERMICA

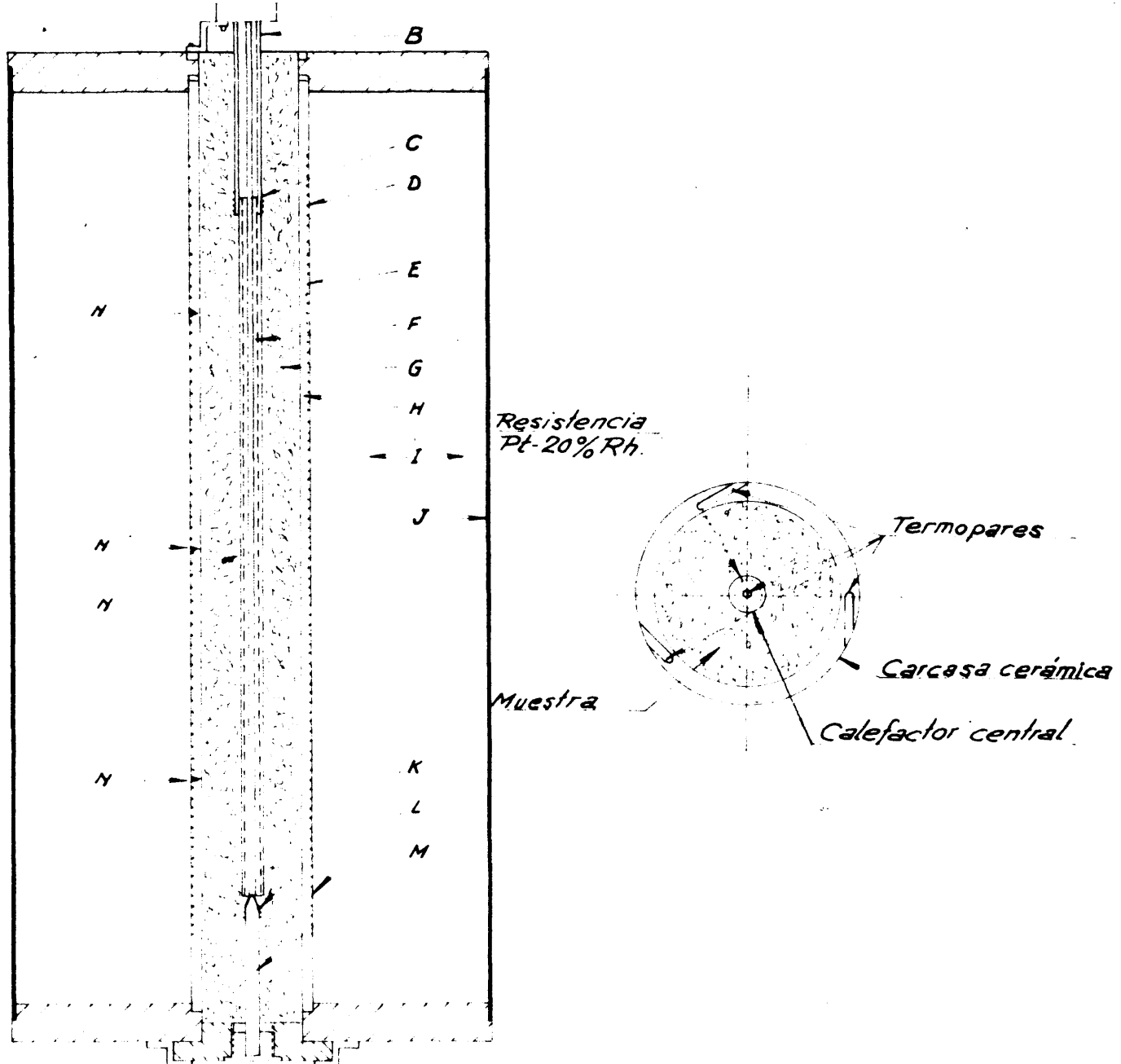


Fig. 2

- A. Toma de corriente y voltaje
- B. Tubo soporte de cerámica
- C. Guarda superior calorifuga
- D. Resistencia superior de la carcasa
- E. " central "
- F. Calefactor central
- G. Muestra a ensayar
- H. Carcasa cerámica
- I. Relleno aislante
- J. Carcasa de acero
- K. Soporte calefactor
- L. Resistencia inferior de la carcasa
- M. Soporte cerámico inferior
- N. Termopares

Fig II 3

temperaturas elevadas, encontrándose que pasados los 500°C, se fundían en un tiempo relativamente corto. Por último se eligió una resistencia de Pt-20 % Rh de 0,05 cm de diámetro, la cual ha dado muy buenos resultados.

El calefactor central es una de las piezas clave del aparato. Para mantenerlo centrado en el horno, se soporta en otra pieza cerámica de mullita, tal como muestra la figura citada. Igualmente, por la parte superior, un soporte cilíndrico hueco sostiene la cabeza del calefactor. Ambos soportes están recorridos por una resistencia de Kanthal A, 0.5 mm, al objeto de reducir al mínimo los flujos longitudinales de calor en los extremos.

El tubo exterior ó carcasa cerámica es un cilindro de mullita, de 61 cm de longitud, con un radio interior de 3.2 cm y un radio exterior de 3.8 cm. Su superficie exterior está recorrida por una hélice de paso 1.6 cm que contiene las resistencias exteriores. Dichas resistencias son de Kanthal A-1 de sección 0.3 mm. Al objeto de controlar mejor la temperatura de la carcasa, que debe ser isoterma para conseguir un flujo radial, se han montado tres resistencias independientes entre sí. La central, de 40 cms de longitud, que proporciona el deseado gradiente de temperatura, y las resistencias extremas, que cubren 5 cm del cilindro cada una, encargadas de compensar las pérdidas al exterior y que soportarán una intensidad mayor que la principal ó central. Los extremos de la carcasa, sin resistencias, son de unos 5 cms de longitud. Dicha carcasa está convenientemente calorifugada con vermiculita.

Para la medida de la temperatura se distribuyeron radialmente y en un mismo plano tres termopares en el centro de la carcasa cerámica, tal como se muestra en la figura II.3; separados entre sí por un ángulo de 120°, y se insertaron en unos orificios tangenciales de un radio de 3.5 cm. La temperatura de la carcasa cerámica se toma como media de estas tres, sirviendo estas medidas para comprobar el grado de centricidad del calefactor central, respecto a la cerámica. Dos termopares más se colocan en los extremos de la carcasa, a 16.5 cm de los centrales, al objeto de comprobar que se opera con una superficie isoterma.

La temperatura en el calefactor central se midió por un termopar axial colocado en el taladro de 0.25 cm de diámetro que recorre longitudinalmente el calefactor. De esta manera, el termopar puede moverse a lo largo del eje del cilindro. Conociendo su longitud, se conoce el punto de medida dentro del calefactor.

2.3.2.- Instrumentación.

2.3.2.1.- Calefacción central.

La alimentación del calefactor central se realizó con un rectificador en continua de 50 voltios y 2 amp. alimentado a su vez con una fuente estabilizada. La intensidad de salida se regula mediante reostatos. La medida de la potencia suministrada al calefactor central viene determinada por el producto de la intensidad por el voltaje en los extremos del calefactor. Para medir dicho voltaje se ha usado un potenciómetro de la casa Leeds and Northrup con un intervalo de medida de 0 a 1,6110 voltios, y un margen de error de 0,01 % en la lectura.

Se han usado para valores más altos y para medir la intensidad una caja de voltios y un shunt de la misma casa. Se acompaña en las figuras II.4a y II.4b un esquema eléctrico del sistema.

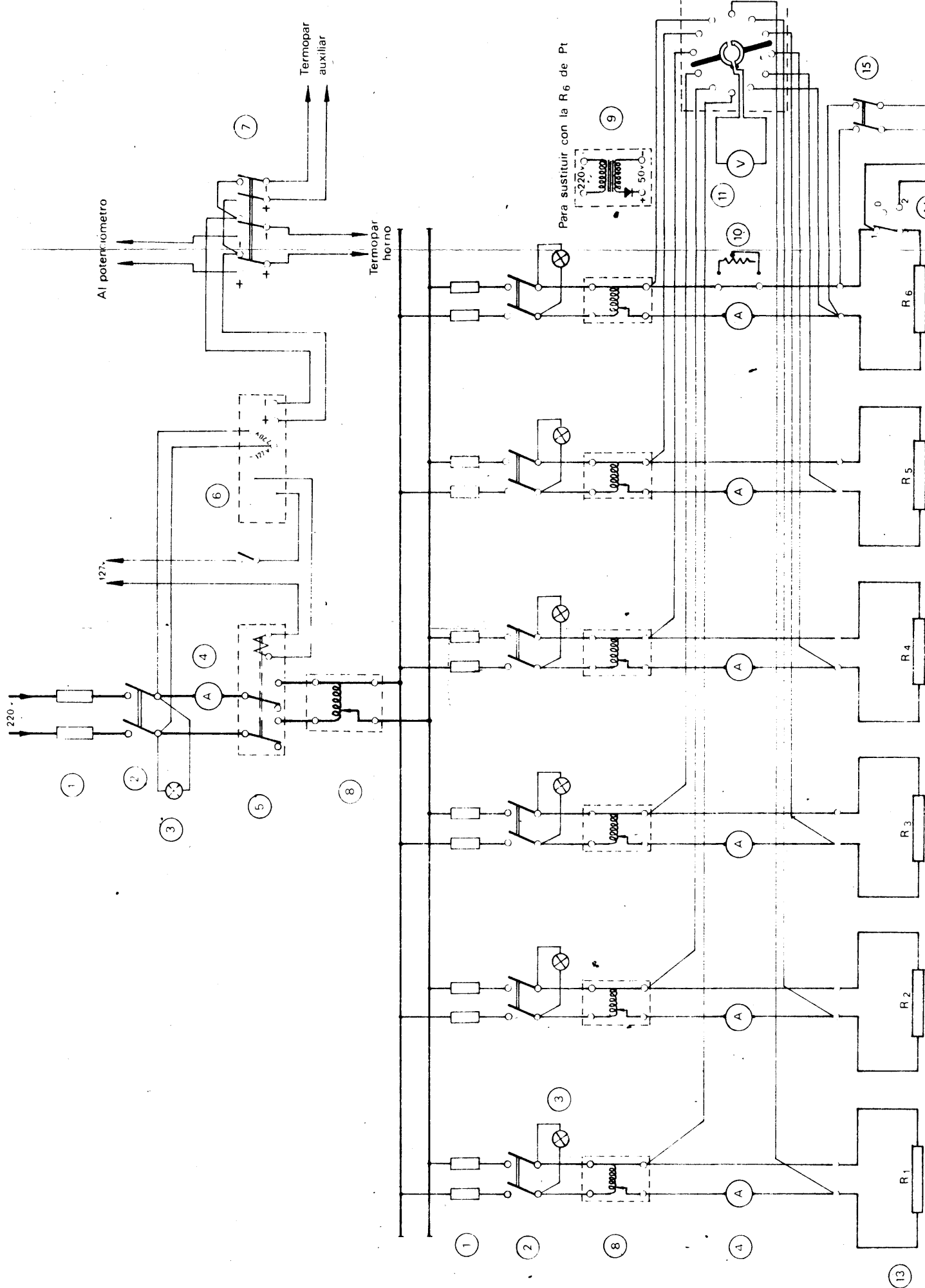
2.3.2.2.- Equipo de medida de temperaturas.

Todas las temperaturas, medidas con los termopares de chromel-alumel, se han medido a través del potenciómetro. La precisión en su lectura es de 0,5 mv.

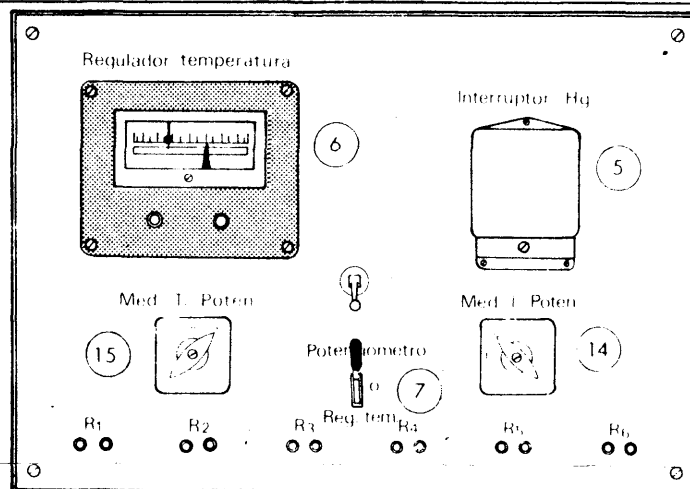
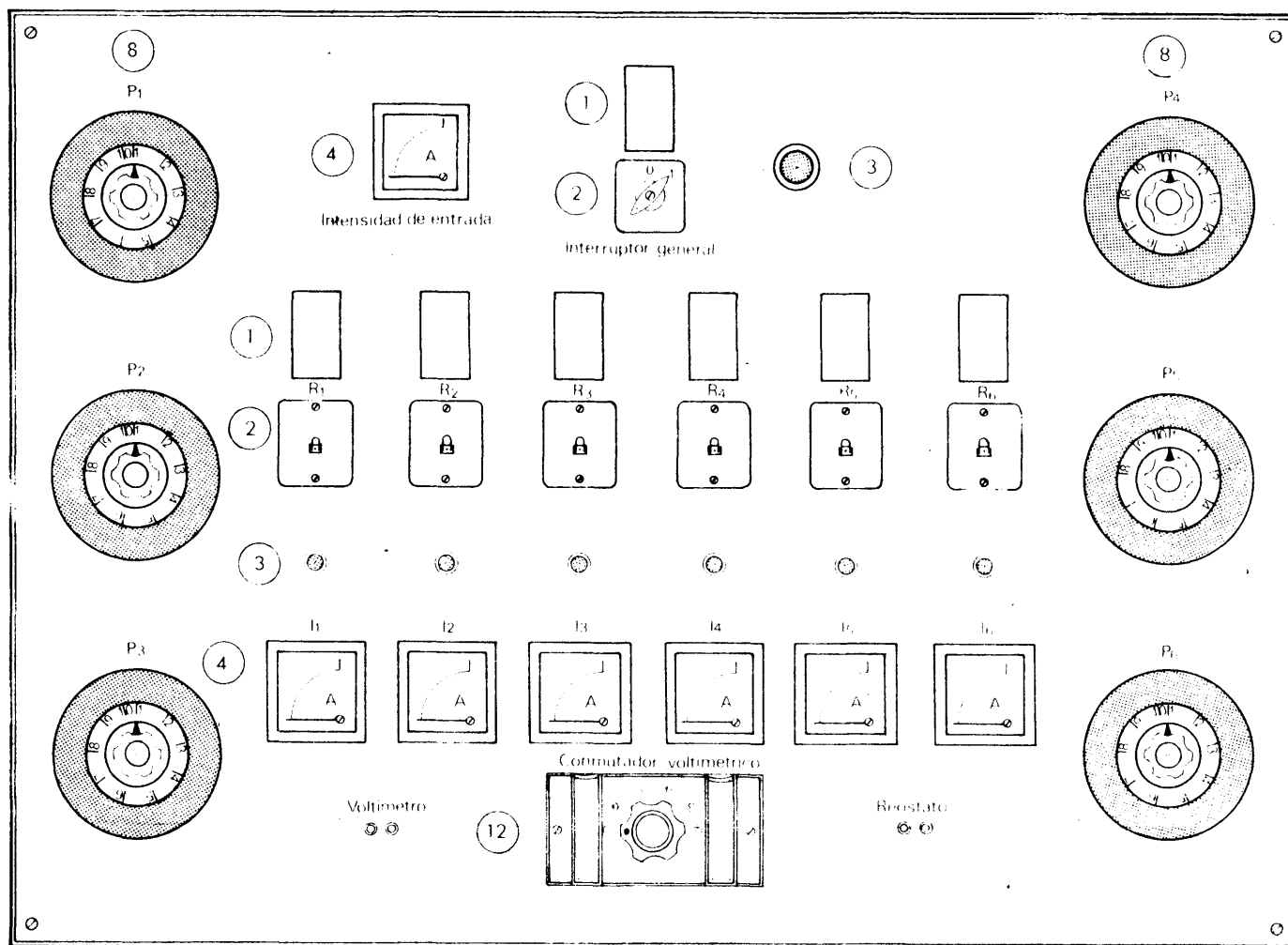
Las resistencias de la carcasa, así como la de las guardas, están alimentadas por medio de una fuente en alterna estabilizada de 14 A y 220 voltios. La intensidad se regula mediante un sistema de reostatos y transformadores. El termopar central va conectado a un sistema de cierre tipo relé, que corta la corriente para una temperatura prefijada.

2.3.3.- Modificaciones introducidas para la medida de la conductividad térmica del UF₄.

Para evitar la hidrólisis de la sal, muy acentuada a temperaturas altas, motivada por la presencia de humedad con el consiguiente desprendimiento de gas FH que hubiera corroído el equipo, se modificó el horno de medida, trabajándose en atmósfera inerte de Argon. Durante las medidas, el flujo de gas inerte, controlado por un sistema de borboteo se reduce a un mínimo para hacer despreciables las pérdidas de calor. Antes de calentar el horno, se hizo un enérgico barrido con Argon para desalojar el aire, así como parte de la humedad, ya que posteriormente el flujo del gas inerte la eliminaría totalmente.



HORNÓ DE CONDUCTIVIDAD TÉRMICA DE LECHOS GRANULARES — ESQUEMA ELÉCTRICO DE MANDO Y CONTROL DE LA TEMPERATURA



Panel de mando y control de temperatura

1 Fusibles de 8, 6 y 4 A

2 Interruptores bifásicos, 10 A 220 V

3 Señalización luminosa

4 Amperímetros

5 Interruptor basculante de Hg 15 A 127 V

6 Reg temp "Gardman by WEST" 220V

7 Conmutador termopar

8 Autotransformadores BOAP, 1 KVA

9 Rectificador 220 V ~ 50 V -

10 Reostato

11 Voltmetro 0 - 25 - 150 - 300 V

12 Conmutador voltimétrico

13 Resistencias, KANTAI - A

14 Conmut. int. al potenciómetro

15 ten

Las modificaciones efectuadas fueron las siguientes:

1º.- Sustituir los pasatabiques para los termopares en la carcasa exterior de acero por otros de cierre hermético.

2º.- Cerrar los extremos del horno con dos caperuzas de acero inoxidable en cuyas bridas de cierre con el cuerpo central van alojados dos anillos tóricos de goma, refrigerados por una espiral de cobre por la que circula agua. En cada una de estas dos caperuzas va instalada una válvula de vacío DIECAST-SAUNDERS de 1/4" para entrada y salida del gas argón.

Igualmente se ha instalado un sistema especial para conexión de las diferentes resistencias que integran el sistema calefactor del horno.

2.4.- Técnica.

La muestra problema cuya conductividad se desea saber se pesa para determinar la pérdida de peso durante las experiencias, colocándose en el espacio anular de los cilindros por la parte superior del aparato. Durante la carga, es conveniente golpear rítmicamente la carcasa de acero, al objeto de conseguir un grado de empaquetamiento uniforme. Igualmente debe procurarse que el calefactor central se sitúe concéntrico, al objeto de conseguir un flujo radial uniforme en toda la especie.

Una vez colocada la muestra se conectan las resistencias de la carcasa, dejando que el horno se estabilice a la temperatura deseada. Para comprobar si la carcasa cerámica es isoterma, se efectúa la lectura de las temperaturas en los termopares centrales y en los de los extremos, y se corrigen las resistencias extremas si se encuentran desviaciones superiores a los 5 °C.

Una vez conseguido el nivel térmico, se conecta el calefactor central, ajustándolo hasta conseguir el deseado gradiente de temperatura. Igualmente se conectan las guardas inferior y superior, para lograr una zona uniforme axial, medida con el termopar interior al calefactor central. En general, se han conseguido entre la parte media ó de medida y los extremos con guardas, diferencias inferiores a los 5 °C. Se conecta la refrigeración y se toman lecturas cada 30 minutos hasta llegar al régimen estacionario. Como término medio, se tardan de 5 a 12 hr., según el nivel térmico. Se considera régimen estacionario cuando durante 30 minutos la temperatura sólo varía en 1 ó 2 °C.

La conductividad térmica medida en un intervalo de temperatura se relaciona con la temperatura media de este intervalo, y no conviene, por lo tanto, que sea muy grande. En las medidas realizadas osciló entre 10 y 100 °C. Una vez llegado al régimen estacionario y tomadas las lecturas, se suben las intensidades y se repiten las medidas para otra temperatura mayor. En la Tabla II.1 se indican, a modo de ejemplo, las lecturas obtenidas hasta alcanzar el estado estacionario en una experiencia.

2.5.- Calibrados.-

2.5.1.- Calibrado de termopares.

Se emplearon seis termopares de Chromel-Alumel, enfundados en vainas de acero inoxidable, de 0.5 mm de diámetro. Se dispuso de una pequeña mufla eléctrica en cuyo interior se introdujeron los termopares, con las cabezas en un pequeño cilindro de cobre taladrado, a fin de conseguir una temperatura uniforme para todos. La unión fría se llevó a un Dewar mantenido a cero grados con hielo, realizándose las lecturas con referencia al termopar nº 1 cuando el sistema se estabilizaba, dando dos lecturas realizadas cada 20 minutos el mismo valor.

Todos los termopares se midieron con un potenciómetro Typo K-e, de la Leeds and Northrup, el cual se normalizó con una pila Weston. En la Tabla nº II-2 se dan los resultados obtenidos, representándose en la gráfica nº II-5. Las diferencias observadas fueron tenidas en cuenta al calcular los correspondientes incrementos de temperatura.

2.5.2.- Calibrado de la calefacción de la carcasa cerámica.

Al objeto de simplificar las medidas, economizando gran cantidad de tiempo en la estabilización del horno, se procedió al calibrado de la resistencia de hilo Kanthal, diámetro 0.3 mm, usado para elevar el nivel térmico del horno. Los puntos intensidad-temperatura Tabla II-3, se tomaron en régimen estacionario, representándose en la fig.II-6.

Empleando dicha gráfica, si se desea repetir un punto a 500 °C, basta suministrar a la carcasa cerámica la intensidad correspondiente, dada por la gráfica y posteriormente suministrar la potencia necesaria en el calefactor central para conseguir el gradiente de temperatura deseado.

T A B L A II.1

Ejemplo de calefacción típica del horno hasta el estado estacionario para hacer una medida

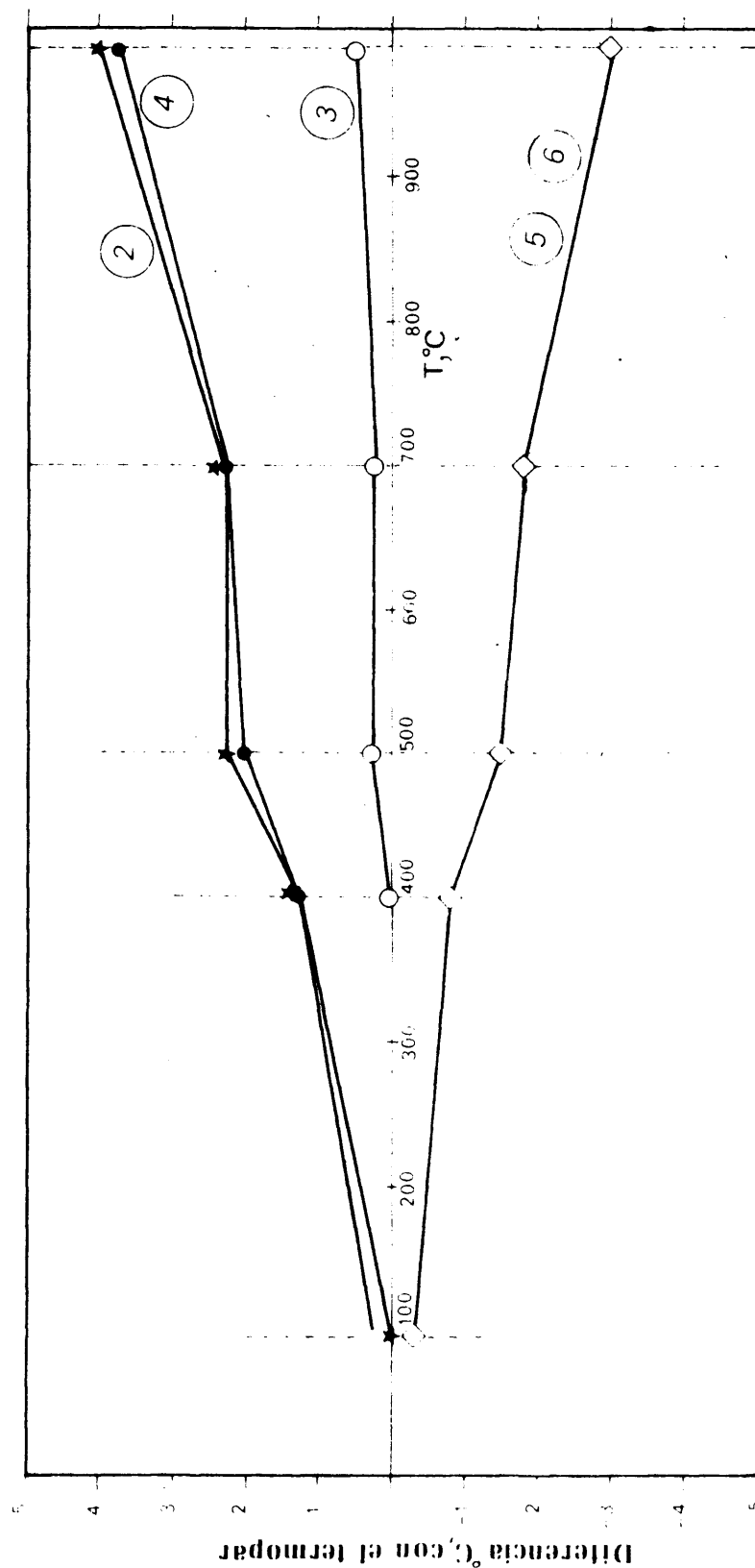
Fecha: 14 Mayo 1970
Carga: UF4 + 20 % Mg

<u>Hora</u>	<u>Tiempo</u>	<u>Lectura en mv de la parte central</u>	<u>T_L °C</u>
8,0	0	--	--
9,30	1 h 30'	2,71	91
10,45	2 h 45'	4,04	123
11,15	3 h 15'	4,32	129
11,45	3 h 45'	4,60	136
12,15	4 h 15'	4,79	141
12,45	4 h 45'	4,98	145,5
14,15	6 h 15'	5,40	156
14,45	6 h 45'	5,66	162
15,30	7 h 30'	5,76	165
16,00	8 h	5,82	166,5
16,30	8 h 30'	5,86	167

T A B L A II.2

Calibrado de Termopares

Termopar	1	2	3	4	5	6
Lectura, mv.	3.93	3.93	3.93	3.92	3.94	3.94
Diferencia, mv.	0.0	0.0	0.0	0.01	-0.01	-0.01
	16.55	16.50	16.55	16.50	16.58	16.58
		0.05	0.0	0.05	-0.03	-0.03
	20.69	20.60	20.68	20.61	20.75	20.76
		40.09	0.01	0.08	-0.06	-0.07
	29.63	29.52	29.62	29.52	29.70	29.70
		0.09	0.01	0.09	-0.07	-0.07
	40.76	40.60	40.75	40.61	40.84	40.84
		0.16	0.02	0.15	-0.12	-0.12



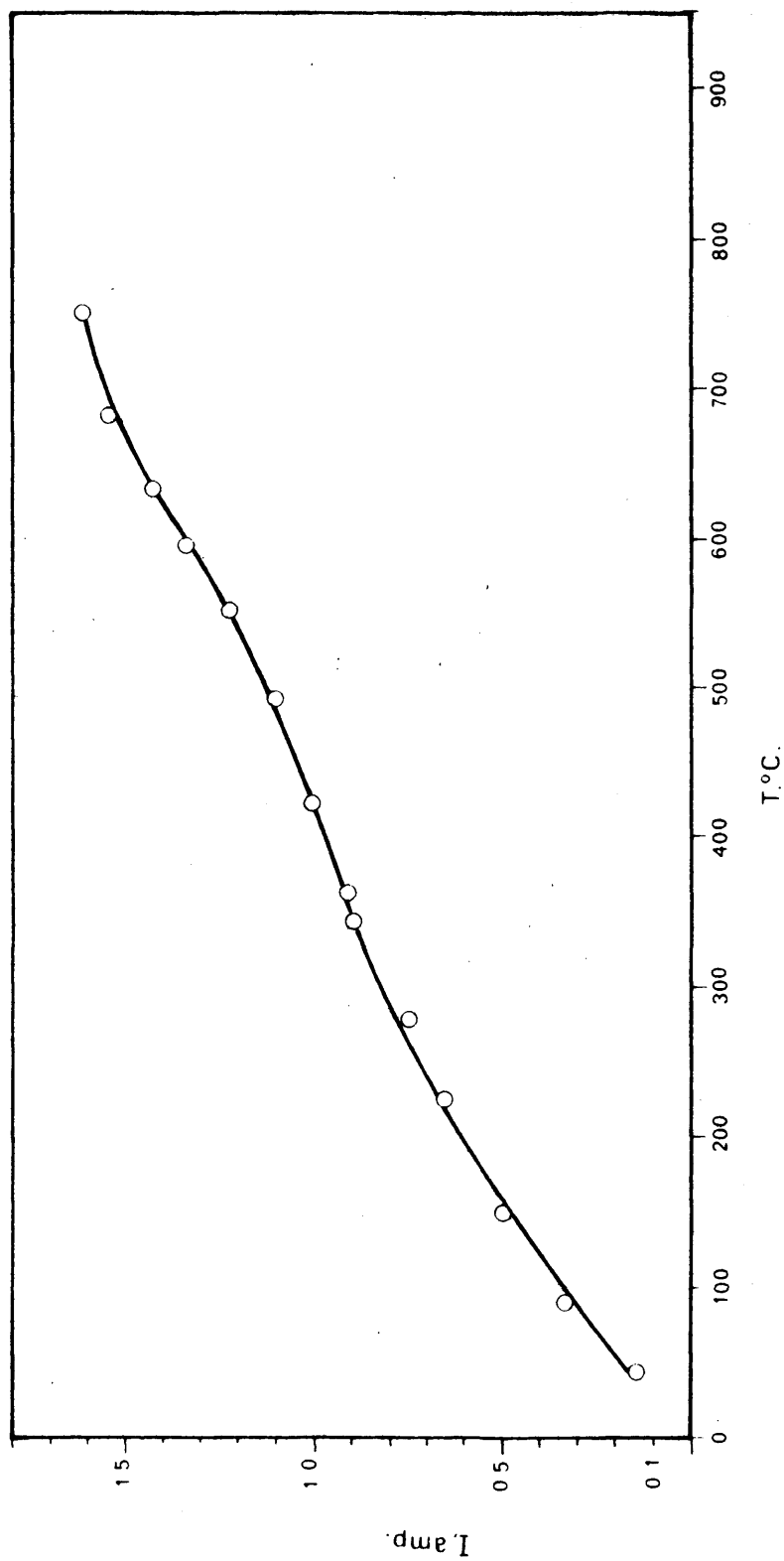
CALIBRADO DE TERMOPARES

Fig. II.5

T A B L A II.3

Calibrado de la calefacción de la carcasa

<u>I, amp.</u>	<u>T, °C</u>
1,6	750
1,53	680
1,43	635
1,34	600
1,23	550
1,1	490
1,0	420
0,91	360
0,88	344
0,75	277
0,65	225
0,50	150
0,33	90
0,15	43



CALIBRADO DEL HILO "KANTHAL" DE Ø 0.3

Fig. II 6

2.5.3.- Calibrado del horno.

Una vez montado y puesto a punto el equipo de medida se procedió al calibrado del mismo. Para ello se midieron las conductividades térmicas de dos materiales de los que se disponía de datos bibliográficos de varios investigadores.

En la fig. II-7 se dan los valores del coeficiente de conductividad térmica para una carga de tierra de diatomeas, en función de la temperatura, tabulados en la Tabla II-4 suministrada por el Grupo Cerámico de la Sección de Metales y Cerámica de la División de Metalurgia de la J.E.N. La relación es lineal y crece con la temperatura. En la fig. II.8 se comparan los resultados obtenidos con los de Calvert y Caldwell (8), Flynn (2) y los suministrados por las "International Critical Tables" (9). En la Tabla II.5 se dan los resultados obtenidos para una alúmina Pechiney suministrada por el mismo Grupo y representados en la Fig. II.9, comparándose en la Fig. II.10 los resultados con los obtenidos por Godbee (10) y Laubitz (11).

Teniendo en cuenta la influencia de la densidad, ambos resultados son satisfactorios, encontrándose una mayor dispersión en el caso de la alúmina posiblemente debido a la distinta procedencia del Al_2O_3 .

2.5.4.- Calibrado del potenciómetro.

El potenciómetro se calibró periódicamente con una pila patrón Weston de 1,01857 voltios de la Cambridge Instrument Co. Ltd.

2.6.- Caracterización de los materiales.

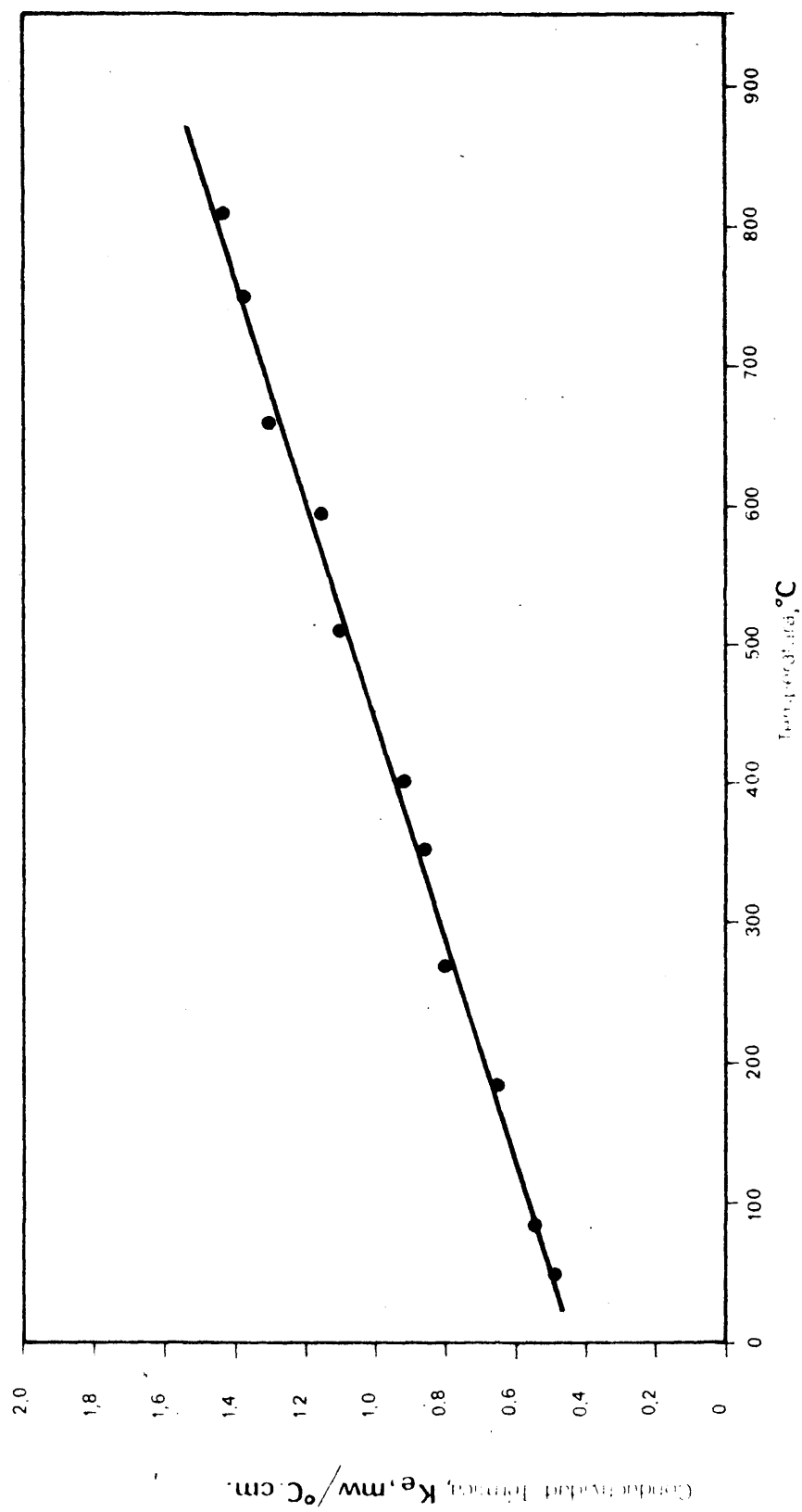
Las propiedades de un sistema mixto sólido-gas dependen de las que posean ambas fases consideradas individualmente y de las que se derivan al mezclarse para formar un sistema bifásico. A menudo se encuentran en la bibliografía discrepancias en el valor de k_a de un material aparentemente idéntico, cuando una mejor caracterización del mismo demostraría que no lo es. Así por ejemplo, Schotte (12) compara los datos de cinco sistemas aire-cuentas de vidrio, a temperaturas similares y con la misma porosidad y encuentra que aquellos difieren en un factor de hasta 2.4.

T A B L A II-4

Valores correspondientes a la conductividad térmica de "Diatomaceous Earth"
Densidad = 0.18 g/cm³

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>W, vatios</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>Incremento, t, °C</u>	<u>K_s, mw/cm °C</u>
0,468	4,235	1,982	50	23	0,49
0,578	5,40	3,121	81	32	0,56
0,648	6,24	4,044	182	36	0,64
0,765	7,56	5,783	268	41,5	0,80
0,867	9,04	7,838	355	53	0,85
0,934	11,066	10,336	402	65	0,91
1,03	11,4	11,742	511,9	61	1,10
1,14	11,75	13,395	592	66	1,16
1,18	12,69	14,974	657	66	1,30
1,26	13,55	17,073	749	71	1,38
1,3	14,69	19,097	813	77	1,42

T_m es la temperatura media entre la del calefactor central y la media de las tres de la parte central del de la carcasa cerámica.



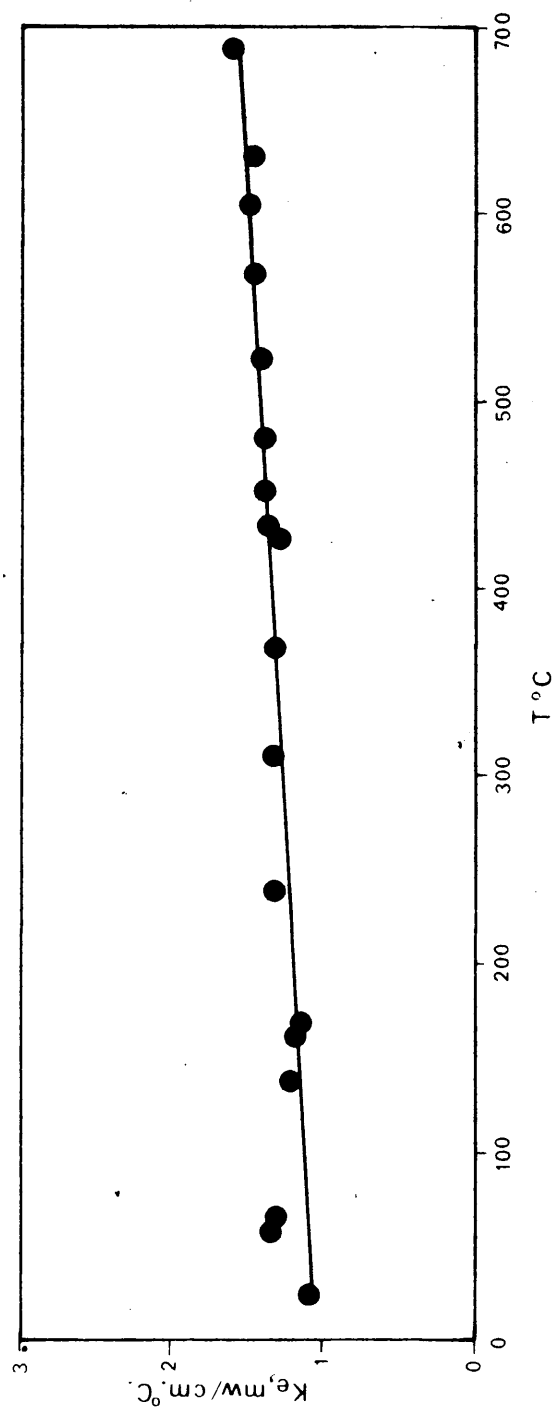
Conductividad Térmica de la tierra de diatomeas

Fig II 7

T A B L A II-5

Resultados obtenidos para la alúmina Pechiney, densidad =
= 1815/1868

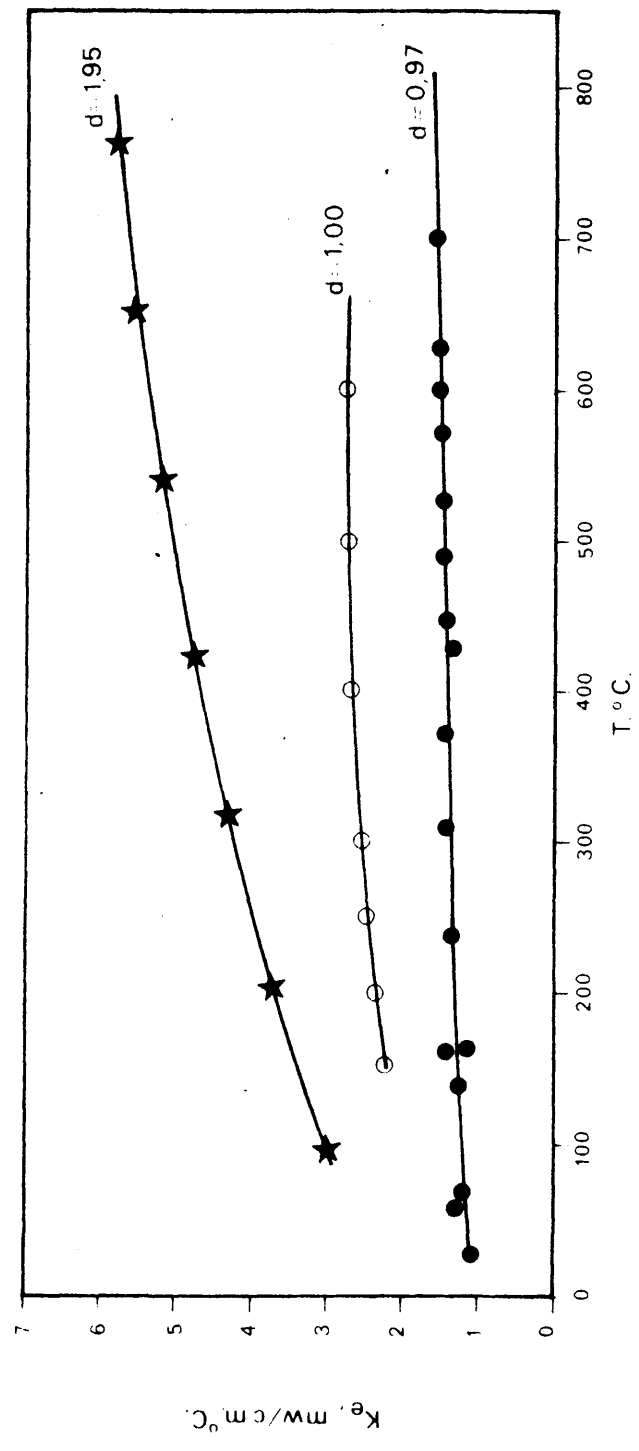
<u>I, amp</u>	<u>V, voltios</u>	<u>°C</u>	<u>Ke, mw/cm.°C</u>	<u>T_m</u>
0.273	2.465	3	1.307	60
0.272	2.465	3	1.308	62
0.273	2.35	3.5	1.065	26
0.698	6.94	23	1.23	139.5
0.798	8.19	27.5	1.39	161
1.354	16.51	95	1.38	311.5
0.776	7.96	31	1.16	163
0.776	7.96	30	1.20	161
1.428	18.32	112	1.37	369
1.60	22.0	158	1.30	429
1.616	22.18	156	1.34	433
1.78	25.46	191.5	1.38	482
1.675	23.00	162	1.39	447.5
1.83	27.06	203	1.42	524
1.792	27.52	197.5	1.46	569
1.77	27.28	194	1.46	607.5
1.731	27.36	190	1.46	630.5



CONDUCTIVIDAD TERMICA DE LA ALUMINA "PECHINEY"

Fig. II 9

- ★ H. W. Godbee
- Laubitz
- Este trabajo



CONDUCTIVIDAD TERMICA DEL Al_2O_3

Fig. 10

En los materiales empleados en este trabajo, se han hecho las siguientes caracterizaciones:

- Procedencia
- Análisis químico
- Densidad de relleno
- Grado de empaquetamiento
- Superficie específica
- Porosidad
- Granulometría
- Observación microscópica

2.6.1.- Procedencia.

Las muestras de coque son de Electrocoque tipo Lockport suministrado por GENOSA, (Grafitos Eléctricos del Noroeste, S.A.) La Coruña.

Las muestras de arena Ottawa provienen de la - Ottawa Sílica Company, Ottawa, Illinois.

Las muestras de tetrafluoruro de uranio, fueron suministradas por la Sección de Metales y Cerámica de la División de Metalurgia y por la Sección de Plantas Piloto de la División de Materiales de la J.E.N.

Las dos muestras para el calibrado de alúmina y tierra de diatomeas fueron suministradas por el Grupo de Productos Cerámicos de la Sección.

2.6.2.- Análisis químico.

Los análisis químicos espectrográficos, por elementos, de alúmina, coque y arena, se realizaron en la División de Química de la J.E.N. Los resultados son los siguientes:

Alúmina:

B ₂ O	<	1	ppm
CdO	<	1	"
CoO	<	4	"
Cr ₂ O ₃	<	5	"
CuO	=	7	"
Fe ₂ O ₃	=	140	"
MgO	=	3	"
MnO	=	13	"
NiO	<	4	"
PbO	<	5	"
SiO ₂	=	75	"
ZnO	=	70	"

Electrocoque:

B ₂ O ₃	=	0,3	ppm
CaO	=	120	"
Fe	<	200	"
MgO	=	70	"
MnO	=	44	"
MoO ₃	<	5	"
SiO ₂	<	500	"
TiO ₂	=	20	"
V ₂ O ₅	=	54	"

Arena Ottawa:

Al ₂ O ₃	=	0,3	"
Fe ₂ O ₃	=	0,1	"
SiO ₂	<	40	"
CaO	<	0,005	"
MgO	<	0,005	"
Na ₂ O	=	0,031	"

Tetrafluoruro de uranio.- Este análisis se realizó en el laboratorio de control de la Dirección de Plantas Piloto e Industriales con el siguiente resultado:

U (+ 4)	=	74,63	%
U (total)	=	75,53	"
UO ₂	=	0,16	"
U (+ 6)	=	0,90	"
F-	=	24,30	"

2.6.3.- Densidad de relleno.

Las densidades de rellenos conseguidas en el aparato experimental fueron las siguientes:

Alúmina:

	d	=	0,97	gr/cc.
Electrocoque				
Tyler 12-22	d	=	0,755	"
" 12-22	d	=	0,696	"
" 100-200	d	=	0,822	"

Mézcra calorífuga

d = 1,089 "

Polvo de UF₄

d = 2,03 "
d = 2,76 "
d = 3,1 "
d = 3,36 "

Polvo de UF₄ + 14 % Mg

d = 2,05 gr/cc.

d = 2,7 "

Polvo de UF₄ + 20 % Mg

d = 2,7 "

2.6.4.- Grado máximo y mínimo de empaquetamiento.

Dado que la conductividad térmica de un sistema granular varía con su densidad, resulta útil conocer de un modo aproximado entre qué límites varía ésta. Los resultados fueron obtenidos en una probeta graduada que contenía la muestra. Los valores mínimos resultan al colocar cuidadosamente un peso determinado de producto en la probeta y anotando el volumen, sin que haya vibración alguna. Los valores máximos resultan, por el contrario, de una enérgica vibración, hasta que no se aprecia disminución alguna de volumen.

Coque:

Muestra 1, grano fino	D _{max.} = 0.929	gr/cc.
	D _{min.} = 0.774	"
Muestra 3, grano grueso	D _{max.} = 0.820	"
	D _{min.} = 0.690	"

Arena Ottawa:

Muestra 1, fina	1.361	"
	1.325	"
Muestra 2, media	1.459	"
	1.361	"
Muestra 3, gruesa	1.537	"
	1.439	"

2.6.5.- Superficie específica.

La superficie específica fué determinada por el Grupo de Productos Cerámicos de la J.E.N. mediante un Soratómetro modelo 212 de la Perkin-Elmer, utilizando una corriente de nitrógeno y helio. Se basa en que la muestra, refrigerada con nitrógeno líquido, absorbe una cierta cantidad de nitrógeno, que desprende más tarde, al calentar. Esta cantidad de nitrógeno desprendido mide la superficie específica de la muestra.

Resultados:

Coque

Muestra 1,	0.63	m ² /gr.
Muestra 3,	0.42	"

Arena Ottawa

Muestra 1,	0.22	"
Muestra 2,	0.20	"
Muestra 3,	0.09	"

2.6.6.- Porosidad.

La densidad real y porosidad de las muestras se determinaron mediante un porósímetro de mercurio WINSLOW-AMINCO, modelo 5-7119 perteneciente a la Sección de Mineralogía de la J.E.N. Este aparato permite determinar la distribución del tamaño de poros con diámetros comprendidos entre 100 y 0,12 micrones, pudiendo alcanzar presiones hasta de 1000 kg/cm². Los valores experimentales obtenidos permiten representar la fracción en volumen de la muestra

$$\left(\sum \frac{\Delta V}{V} \right) \quad \text{en función de la presión total ejercida sobre la misma.}$$

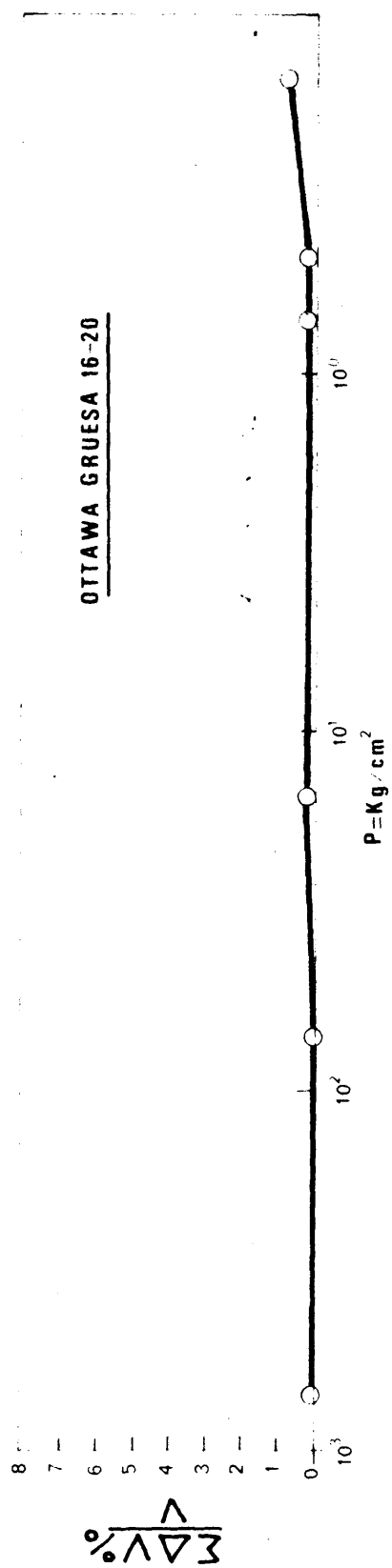
Asimismo puede definirse una densidad de las muestras por la penetración del mercurio en ellas como

$$D_{Hg} = \frac{\text{Peso muestra}}{V - \sum \Delta V}$$

En las Tablas II-6 a II-11 se dan los valores obtenidos para la serie coque y arena, así como para la alúmina y tierra de diatomeas, representándose en las Figs. II-11 á II-16. La muestra de coque grueso cae fuera de los límites indicados de los diámetros de poro que detecta el aparato.

2.6.7.- Granulometría.

En la Tabla II-12 se dá un análisis granulométrico de la arena. Para los electrocoques se empleó una tamizadora Russel, obteniéndose la muestra gruesa entre los tamices 12 y 22 y la muestra fina entre los núms 100 y 200.



Porosidad de la arena de Ottawa

Fig. II, II

Fecha:

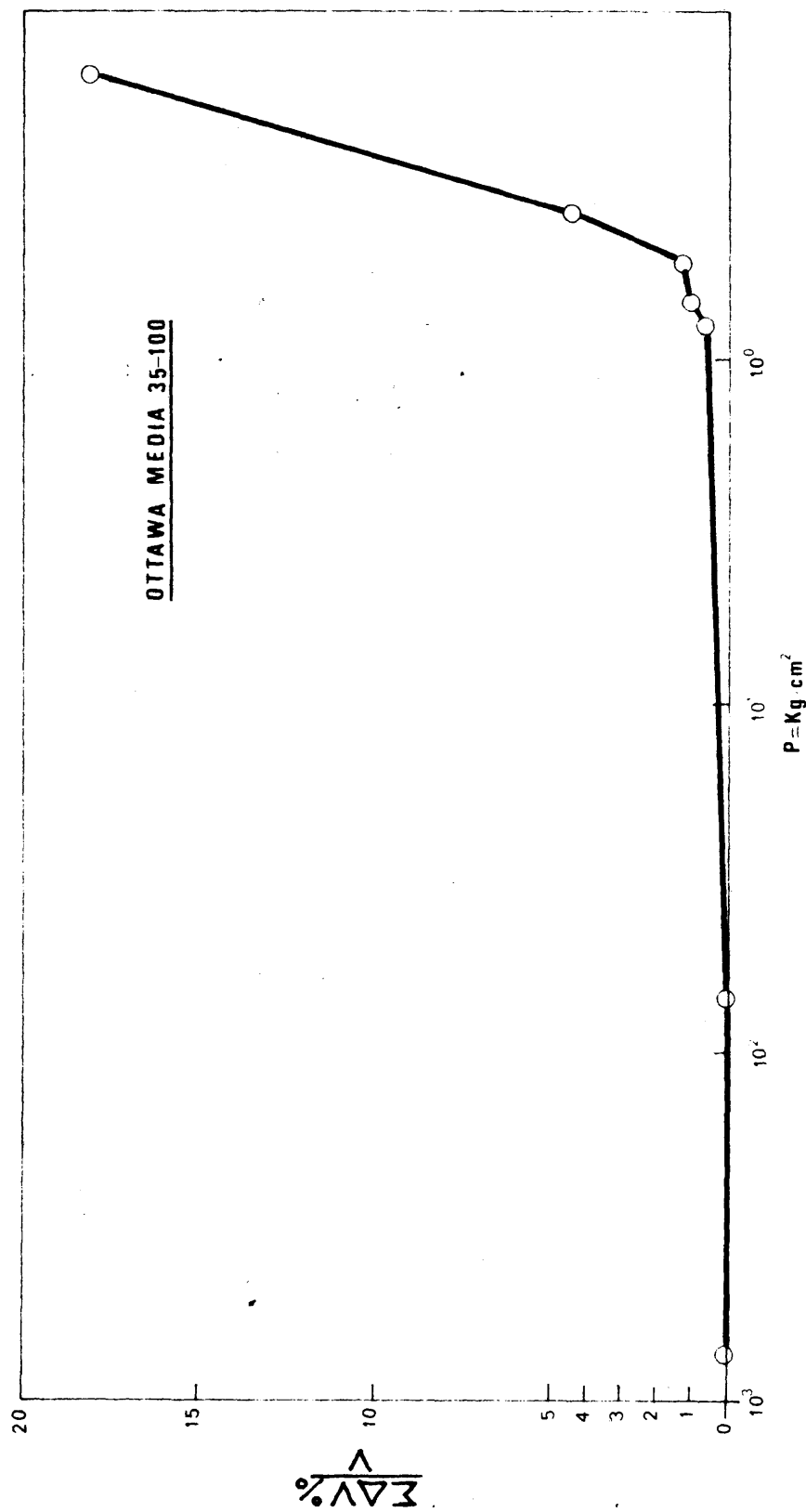
Identificación de la muestra: Ottawa, 35-100

Medida por:

Peso de la muestra, g.: 0,73

*La presión absoluta es la suma de los siguientes términos: 1. Lectura en el vacuómetro (0-15 psi). 2. Presión Hg. (sustraer). 3. Lectura en el manómetro (aplicable sólo cuando el penetrómetro está introducido en la cámara de presión).

Comentarios:



Porosidad de la arena de Ottawa

Fig. 11,12

Peso de la muestra, g.: 0,55

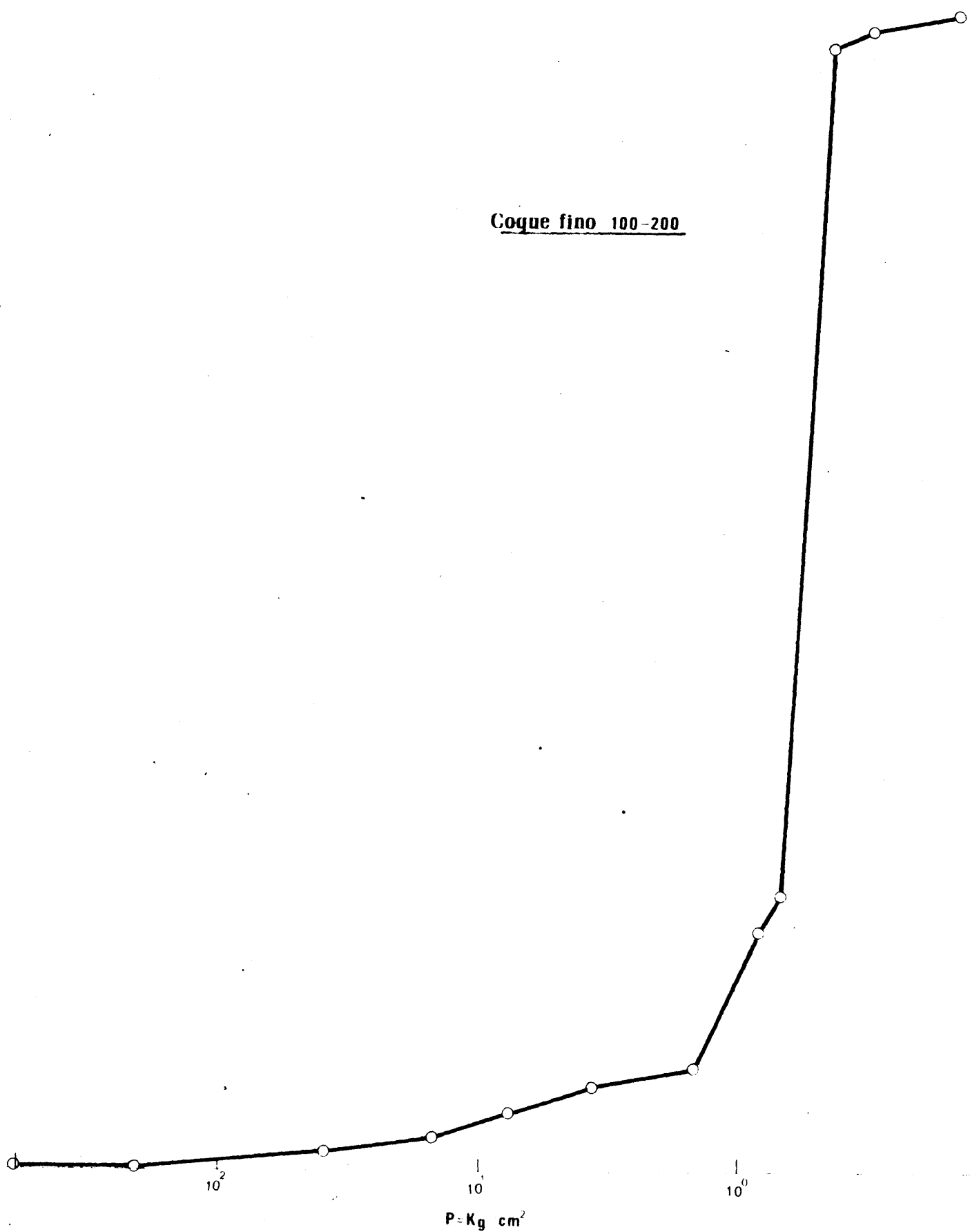
comentarios:

Peso de la muestra, g.: 0.25

presión absoluta es la suma de los siguientes términos: 1. Lectura en el vacuometro (0-15 psi). 2. Presión Hg. (sustraer).
Lectura en el manómetro (aplicable sólo cuando el penetrómetro está introducido en la cámara de presión).

mentarios:

Coque fino 100-200



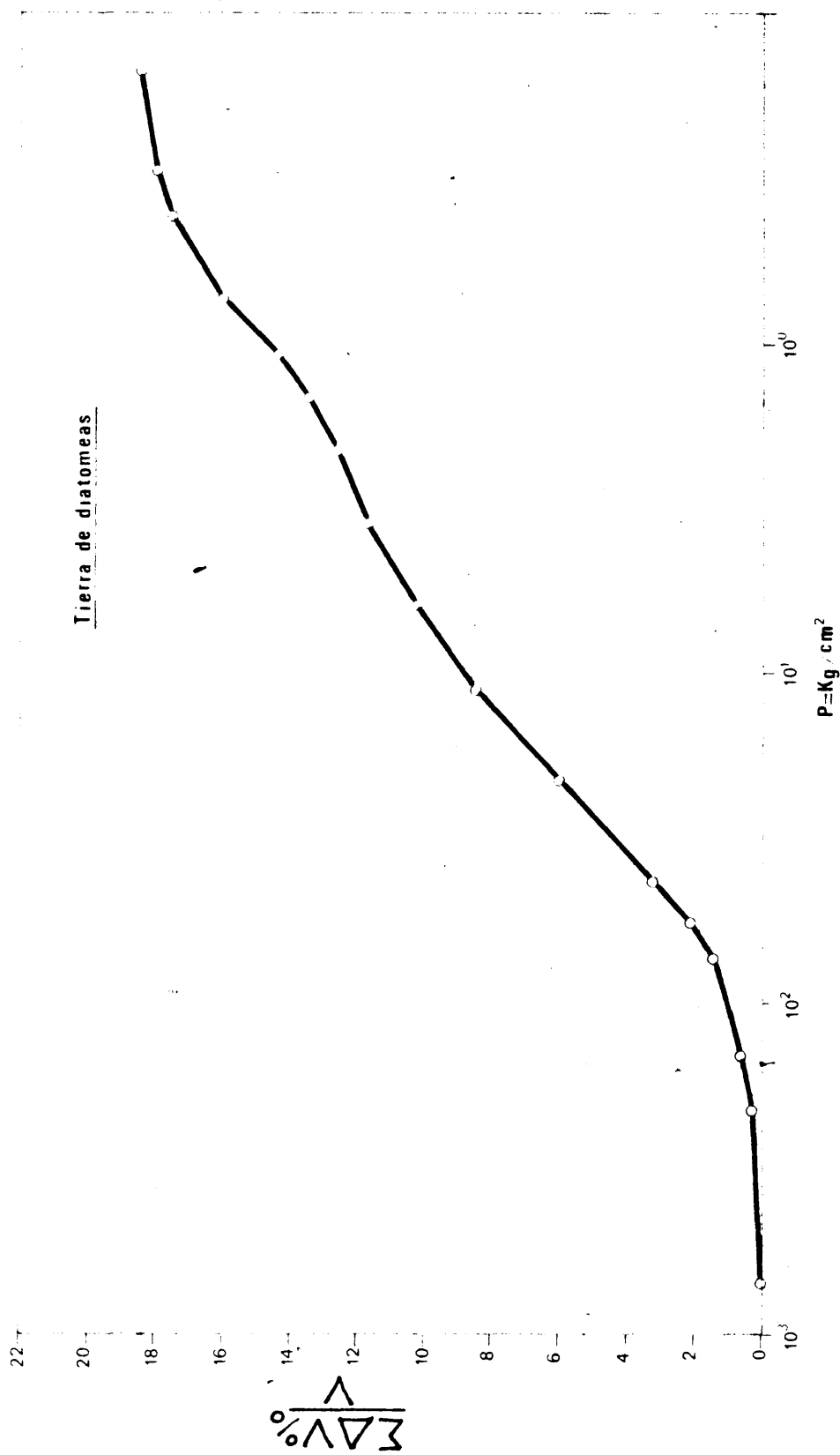
POROSIDAD DEL COQUE

Fig. II.14

Fecha: Identificación de la muestra: Terra de DIATOMEAS
Medida por: Peso de la muestra, g.: 0,10

La presión absoluta es la suma de los siguientes términos: 1. Lectura en el vacuometro (0-15 psi). 2. Presión Hg. (sustraer). 3. Lectura en el manómetro (aplicable sólo cuando el penetrómetro está introducido en la cámara de presión).

mentarios:



POROSIDAD DE LA TIERRA DE DIATOMEAS

Fig. 11, 15

DETERMINACION DE LA POROSIDAD - I

(Por el Porosímetro WINSLOW AMINCO 5-7107 ó 5-7108)

Fecha:

Identificación de la muestra: Alúmina

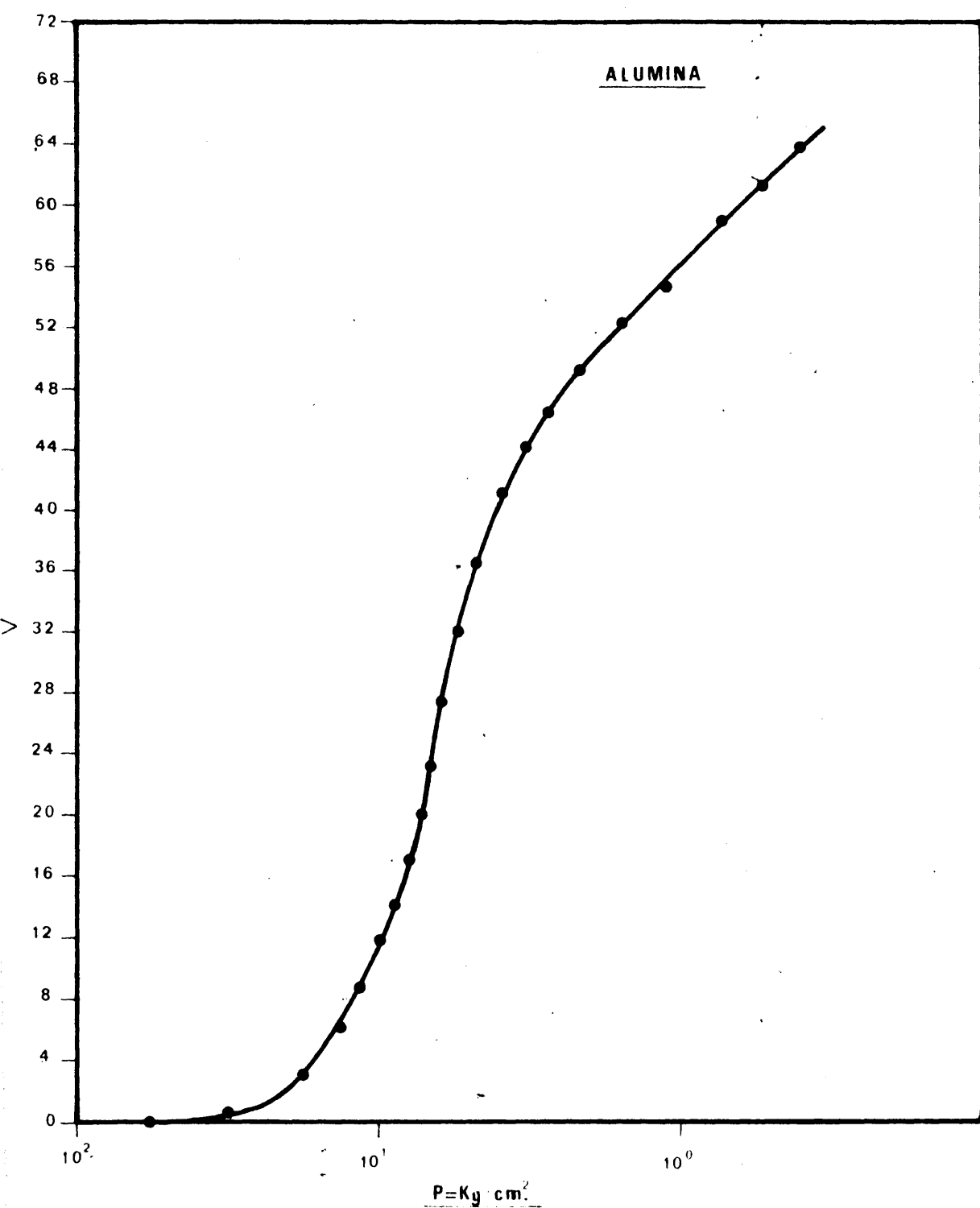
Medida por:

Peso de la muestra, g.: 0,32

Datos de Presión			*P, Absoluta	Lecturas en el capilar del penetrómetro	Observaciones		
Presión Hg.	Lectura del vacuómetro 0-15 (psi)	Lectura del manómetro 0-1000 0-15.000 (psi)	Presión absoluta total (psi)	(c. c.)	$\Sigma \Delta v^{\circ}$	$\Sigma \Delta v\%$	Kq/cm^2
4,48	10,15		5,67	0,004	19,6	63,63	0,40
4,37	11,80		7,43	0,012	18,8	61,04	0,52
4,28	14,70		10,42	0,018	18,2	59,09	0,73
4,12		5	15,58	0,032	16,8	54,54	1,09
4,00		12	22,70	0,040	16,0	51,95	1,59
3,87		18	28,83	0,049	15,1	49,02	2,03
3,77		27	37,93	0,058	14,2	46,10	2,67
3,69		35	45,95	0,064	13,6	44,15	3,23
3,54		45	56,16	0,074	12,6	40,90	3,95
3,33		55	66,37	0,088	11,2	36,36	4,66
3,12		65	76,58	0,102	9,8	31,82	5,37
2,91		75	86,79	0,116	8,4	27,27	6,10
2,73		85	96,97	0,128	7,2	23,38	6,82
2,47		95	107,23	0,139	6,1	19,81	7,54
2,33		105	117,37	0,148	5,2	16,88	8,25
2,21		115	127,49	0,156	4,4	14,28	8,96
2,09		130	142,61	0,164	3,6	11,68	10,02
1,94		150	162,76	0,169	2,6	8,44	10,73
1,85		170	182,85	0,180	2,00	6,49	12,85
1,59		250	263,11	0,192	0,8	2,59	18,50
1,48		450	463,22	0,198	0,2	0,64	32,56
1,45		800	813,25	0,200	0,0	0,00	57,18

*La presión absoluta es la suma de los siguientes términos: 1. Lectura en el vacuómetro (0-15 psi). 2. Presión Hg. (sustraer).
3. Lectura en el manómetro (aplicable sólo cuando el penetrómetro está introducido en la cámara de presión).

mentarios:



POROSIDAD DE LA ALUMINA

Fig. II,16

T A B L A II-12

ANALISIS GRANULOMETRICO DE LA ARENA OTTAWA

Arena gruesa, 16-20		Arena media, 35-100		Arena fina, 50-200	
Peso 200 Grs.		Peso 300 Grs.		Peso 300 Grs.	
<u>Grs. retenidos</u>	<u>Tyler nº</u>	<u>Grs. retenidos</u>	<u>Tyler nº</u>	<u>Grs. retenidos</u>	<u>Tyler nº</u>
2	16	20.5	35	0.0	60
175	20	122	48	37	65
20	35	94	60	157	100
		38	65	69	150
		22	100	21	200
		1.5	150	6	270
		1	200	5	325

Las características son las siguientes:

Tamiz	Tamaño
12	1,61 mm
22	0,808 "
100	0,142 "
200	0,0762 "

La granulometría de la Al_2O_3 empleada fué:

100 %	<	150 micras
99 %	<	100 "
94 %	<	75 "
69 %	<	69 "

2.6.8.- Observación microscópica.

Una ampliación de los sistemas empleados se da en las figs. II-19 y II-20.

2.7.- Estimación de errores.

2.7.1.- Error de flujo de calor longitudinal.

En la aplicación de la ecuación (10) para el cálculo de los coeficientes de conductividad térmica se ha supuesto que todo el flujo de calor era radial a través de la muestra. A continuación se analiza el efecto que tienen sobre estos valores, flujos longitudinales de calor, debidos a guardas calorífugas imperfectas.

Jakob (13) considera el efecto de un flujo de calor axial cuando ambos extremos del calefactor central están a diferentes temperatura que su zona media, si bien no difieren entre sí. El análisis que se presenta en (14), supone temperaturas en los extremos diferentes entre sí y de la medida en la parte central del calefactor, y estima que la resistividad eléctrica del resistor de platino- 20 % rodio varía linealmente con la temperatura.

Si se considera un elemento longitudinal dx del calefactor central, un balance de calor en él dará:

$$q_1 + dq_3 = q_2 + dq_4 \quad (11)$$

en donde

q_1 = calor que llega al elemento considerado
 dq_3 = calor originado en el mismo
 q_2 = calor que sale del elemento considerado
 dq_4 = calor transmitido a los alrededores

Sustituyendo valores en (11) se tiene:

$$-kA \cdot \frac{dt}{dx} + q dx = -kA \left(\frac{dt}{dx} + \frac{d^2t}{dx^2} dx \right) + hc'(t-t_b)dx \quad (12)$$

siendo:

h = coeficiente de transmisión de calor entre el calefactor y la muestra.
 A = area perpendicular al flujo de calor.
 k = coeficiente de conductividad térmica.
 C' = perímetro del calefactor.
 t_b = temperatura de la carcasa
 q = calor generado por unidad de longitud del calefactor.

Suponiendo h cte. y siendo $z = t - t_b$,

$$k.A \frac{d^2z}{dx^2} = h.C'z - q \quad (13)$$

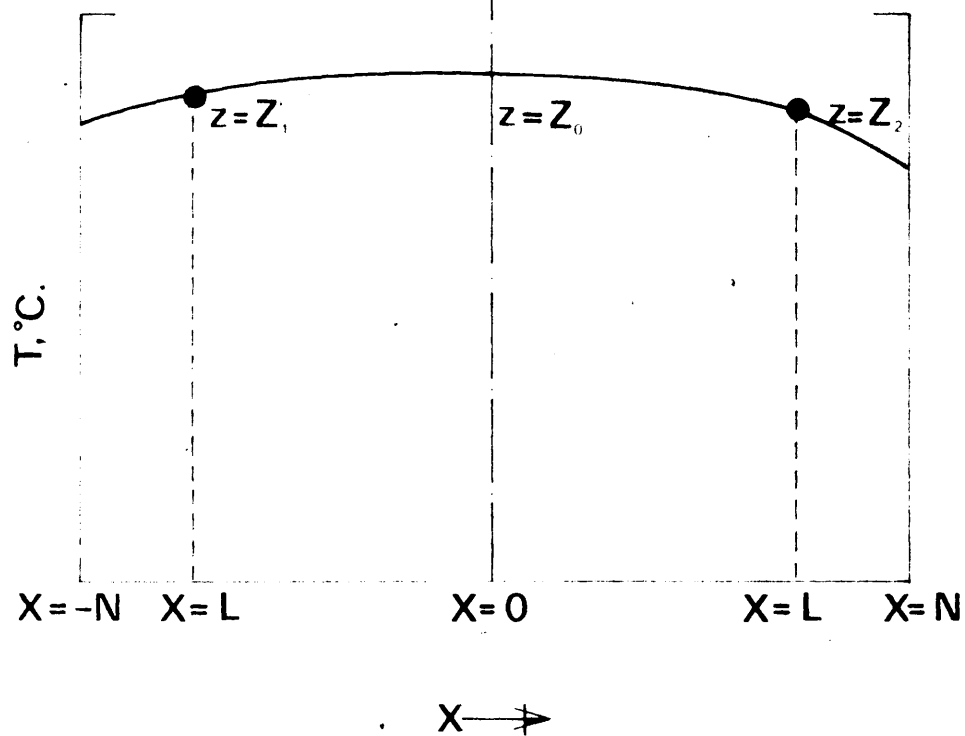
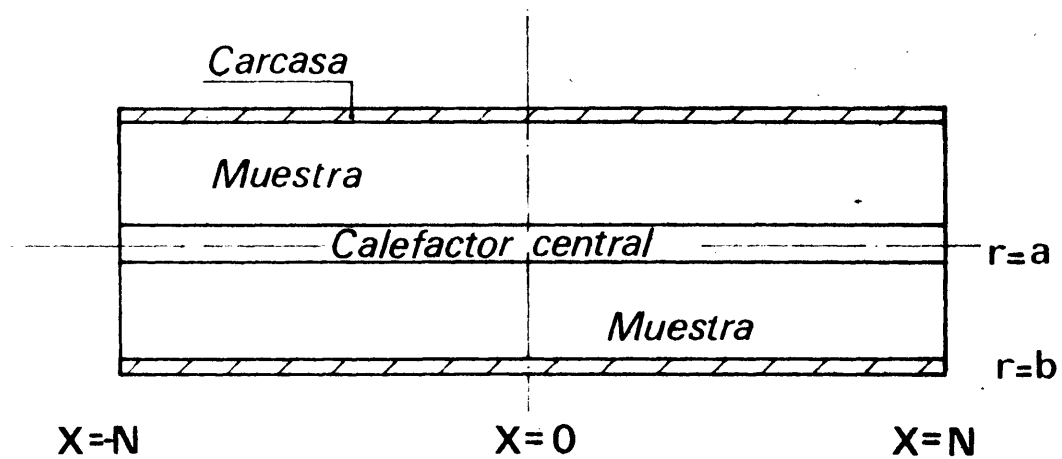
$$\frac{d^2z}{dx^2} = \frac{hc'}{k.A} = \frac{q}{k.A} \quad (14)$$

Siendo $h.C' = 2.3,14.k/\ln b/a$ y llamando a $k.A=C$, conductancia térmica longitudinal por unidad de longitud del calefactor,

$$\frac{d^2z}{dx^2} = \frac{2.3.14 \bar{k}}{C \cdot \ln \frac{b}{a}} z - \frac{q}{C} \quad (15)$$

en donde k es la conductividad térmica a una temperatura de referencia arbitraria, T . Esta fórmula final será la que se aplique a una situación tal como la representada en la fig. II-17 en la que se muestra un perfil térmico con las temperaturas en los extremos, distintas entre sí (Z_1 , Z_2) y distintas a su vez de la del centro (Z_0).

Suponiendo una variación lineal con la temperatura de la resistividad del calefactor, se tiene



PERFIL DE TEMPERATURA

Fig. II, 17

$$r = r_0 (1 + u \cdot z) \quad (16)$$

siendo r y r_0 las resistencias eléctricas por unidad de longitud de la resistencia calefactora a temperaturas T y T_0 respectivamente y u el coeficiente de variación por unidad de temperatura. Si hay n resistencias calefactoras en $r = r'$ (véase fig. II-1), cada una de las cuales genera q' calorías por unidad de longitud y de tiempo, la cantidad de calor generado por unidad de longitud del calefactor, q , será $q = n \cdot q'$, y la generación de calor por unidad de longitud y de tiempo en la resistencia será:

$$q' = I^2 r = I^2 r_0 (1 + n \cdot z) \quad (17)$$

en donde I es la intensidad; sustituyendo (17) en (15):

$$\frac{d^2 z}{dx^2} - \frac{2.3.14.\bar{K}}{c \cdot \ln \frac{b}{a}} z = - \frac{m}{c} I^2 r_0 (1 + u z) \quad (18)$$

$$\frac{d^2 z}{dx^2} - \left(\frac{2.3.14.\bar{K}}{\ln \frac{b}{a} \cdot c} - \frac{u \cdot m \cdot I^2 r_0}{c} \right) z = - \frac{m}{c} I^2 r_0 \quad (19)$$

Llamando

$$w^2 = \frac{1}{c} \left(\frac{2.3.14.\bar{K}}{\ln \frac{b}{a}} - u \cdot m \cdot I^2 r_0 \right) \quad (20)$$

queda

$$\frac{d^2 z}{dx^2} - w^2 z = - \frac{m}{c} I^2 r_0 \quad (21)$$

Esta es una ecuación diferencial lineal no homogénea de 2º grado. La solución de la ecuación reducida homogénea es:

$$z = M \cdot \cosh w \cdot x + N \cdot \sinh w \cdot x \quad (22)$$

Una solución particular de la ecuación completa es:

$$z = \frac{m I^2 r_0}{c w^2} \quad (23)$$

Por lo que la solución general de la ecuación diferencial completa será:

$$Z = \frac{m I^2 r_o}{c w^2} + M \cdot \cosh w \cdot x + (N) \cdot (\sinh w \cdot x) \quad (24)$$

Condiciones de contorno: Según la Figura II-17 se tiene

$$x=0 \quad Z=Z_o = \frac{m I^2 r_o}{c w^2} + M ; \frac{m I^2 r_o}{c w^2} = Z_o - M \quad (25)$$

$$x=L \quad Z=Z_2 = \frac{m I^2 r_o}{c w^2} + M \cdot \cosh w \cdot L + N \cdot \sinh w \cdot L \quad (26)$$

$$x=-L \quad Z=Z_1 = \frac{m I^2 r_o}{c w^2} + M \cdot \cosh (-wL) + N \cdot \sinh (-wL) \quad (27)$$

La suma miembro a miembro de estas dos últimas ecuaciones dará:

$$Z_1 + Z_2 = 2 \left(\frac{m I^2 r_o}{c w^2} \right) + 2 \cdot M \cdot \cosh w \cdot L$$

Teniendo en cuenta (25)

$$Z_1 + Z_2 = 2 Z_o - 2 M + 2 \cdot M \cdot \cosh w \cdot L$$

de donde

$$M = \frac{Z_1 + Z_2 - 2 Z_o}{2} \cdot \frac{1}{\cosh w \cdot L - 1} \quad (28)$$

Restando miembro a miembro (26) y (27):

$$Z_2 - Z_1 = 2 \cdot N \cdot \sinh w \cdot L$$

de donde

$$N = \frac{Z_2 - Z_1}{2} \cdot \frac{1}{\sinh w \cdot L} \quad (29)$$

Sustituyendo (28) y (29) en (24):

$$Z = \frac{m I^2 r_o}{c w^2} + \frac{Z_1 + Z_2 - 2 Z_o}{2} \cdot \frac{\cosh h.w.x}{\cosh h.w.L - 1} + \frac{Z_2 - Z_1}{2} \cdot \frac{\sinh h.w.x}{\sinh h.w.L} \quad (30)$$

Sustituyendo $\frac{m I^2 r_o}{c w^2}$ por su valor dado en la ecuación (25) y reduciendo términos con denominador común se llega finalmente a:

$$Z = Z_o + \frac{Z_1 + Z_2 - 2 Z_o}{2} \cdot \frac{\cosh h.w.x - 1}{\cosh h.w.L - 1} + \frac{Z_2 - Z_1}{2} \cdot \frac{\sinh h.w.x}{\sinh h.w.L} \quad (31)$$

que es la solución del problema de contorno representado por las ecuaciones (15), (25), (26) y (27).

La conductividad térmica de la muestra está dada por:

$$R = \frac{m I^2 r_o \ln \frac{b}{a}}{2.3.1.Z_o} \left(1 + u Z_o + \frac{Z_1 + Z_2 - 2 Z_o}{2 Z_o \cosh h.w.L - (Z_1 + Z_2)} \right) \quad (32)$$

Por otra parte, siendo E la caída de potencial en el calefactor e I la corriente, la resistencia total está dada por

$$R = \frac{E}{I} = r_o (1 + u Z) S \quad (33)$$

en donde S es la longitud total del calefactor y \bar{Z} es la temperatura media del mismo:

$$\bar{Z} = \frac{1}{2M} \int Z dx = Z_o + \frac{Z_1 + Z_2 - 2 Z_o}{2} \cdot \frac{1}{2M} \cdot \frac{1}{\cosh h.w.L - 1} \cdot \left[\right.$$

$$\left. \left[\frac{1}{w} (\sinh h.w.M + \sinh h.w.M) - 2M \right] + \frac{1}{2M} \cdot \frac{Z_2 - Z_1}{2} \cdot \frac{1}{\sinh h.w.L} \cdot \frac{1}{w} \cdot \left(\right.$$

$$(\cosh h.w.M - \cosh h.w.M) =$$

$$Z_o + \frac{Z_1 + Z_2 - 2Z_o}{2} \cdot \frac{\frac{1}{WM} \cdot \text{sen } h.w.M - 1}{\cos h.w.L - 1} =$$

$$= Z_o + \left(\frac{Z_1 + Z_2 - 2Z_o}{2} \right) \frac{\text{sen } h.w.M - WM}{\cos h.w.L - 1} \quad (34)$$

Con estas dos últimas expresiones, (34) y (33), el valor de \bar{K} se define por

$$\bar{K} = \bar{K}_1 \left[1 + \frac{Z_1 + Z_2 - 2Z_o}{2} \left(\frac{1}{2Z_o \cosh h.w.L - (Z_1 + Z_2)} - \frac{u(\text{sen } h.w.M - WM)}{ZW M (\cosh h.w.L - 1)} \right) \right] \quad (35)$$

en donde

$$\bar{K}' = \frac{m.E.I.\ln \frac{b}{a}}{2 \cdot 3,14 \cdot Z_o \cdot S} \quad (36)$$

Dado que \bar{K} se define en función de w y w de \bar{K} , es preciso reiterar el cálculo para obtener \bar{K} . Como primera aproximación de \bar{K} se toma \bar{K}' . La sustitución de \bar{K}' en (20) da un valor de w que sustituido en (35) da un nuevo valor de \bar{K} , con el que se vuelve a obtener otros. La convergencia es muy rápida.

La ecuación (36) da el valor de la conductividad térmica despreciando el efecto del flujo de calor axial. Es análoga a la ecuación empleada para la obtención de los distintos coeficientes de conductividad térmica que figuran en las tablas. El término EI/S corresponde a q' y Z_o al término en paréntesis del denominador de la referida ecuación. El primer término en paréntesis de la ecuación (35) representa la corrección debida al flujo de calor axial. La segunda expresión representa la corrección en la medida de la potencia debida a la variación de la resistencia eléctrica con la temperatura.

Para analizar de un modo práctico el valor de ambas conductividades se hicieron una serie de medidas a 300 y a 600 °C con cada una de las cargas empleadas, en las que la diferencia en los incrementos de temperatura entre el calefactor central y la carcasa cerámica en los extremos

difierían hasta en un 25 % de la lectura en la parte central. Las conductividades calculadas con estos incrementos nunca diferían en más de un 5 % del valor de la conductividad hallado cuando los incrementos de temperatura eran iguales. Por otra parte, en todas las experiencias realizadas para la obtención de los valores que figuran en las respectivas tablas la dispersión entre los incrementos de temperatura medidos en la parte central y en los extremos fué sensiblemente menor del 25 %.

2.7.2.- Error de excentricidad.

En el tratamiento anterior se ha supuesto que la superficie exterior del calefactor central y la interior de la carcasa cerámica eran concéntricas, dando origen a un flujo de calor radial. Se analiza a continuación el efecto que tiene la no concentricidad del calefactor central sobre los resultados obtenidos.

La resistencia térmica entre dos cilindros no concéntricos, según Carslaw y Jaeger (15), está dada por

$$\frac{T_a - T_b}{q} = \frac{1}{2\pi\bar{K}} \operatorname{arc. cos} h \cdot \frac{a^2 + b^2 - e^2}{2ab} \quad (37)$$

en dónde la notación es la de la figura II.18 y "e" es la excentricidad, ó distancia entre los centros de los dos cilindros.

De (37) se deduce que

$$\bar{K} = \frac{q}{2\pi(T_a - T_b)} \operatorname{arc. cos} h \cdot \frac{1 + \lambda^2 - \epsilon^2(\lambda - 1)^2}{2\lambda} \quad (38)$$

en dónde la excentricidad, adimensional, varia entre cero (concentricidad) y uno (cilindros en contacto), siendo $\lambda = b/a$ la razón de los radios.

Para el caso de cilindros excéntricos, si se mide \bar{K} de acuerdo con la fórmula clásica en vez de usar (38), se introduce un error. En la fig. II.18 se representa este error frente a la excentricidad para diferentes valores de λ . Para el aparato descrito en este trabajo la razón vale aproximadamente 5.0.

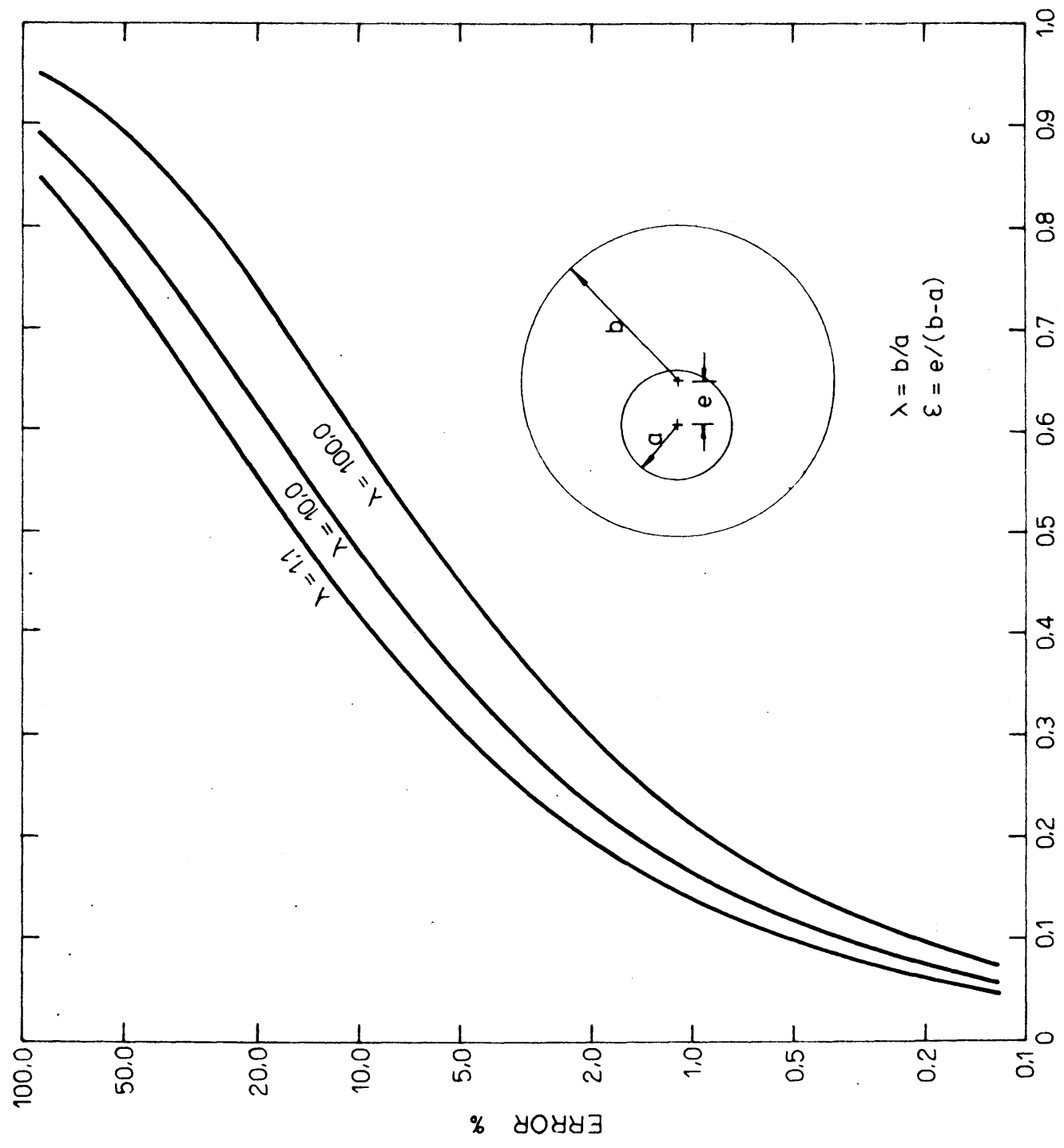


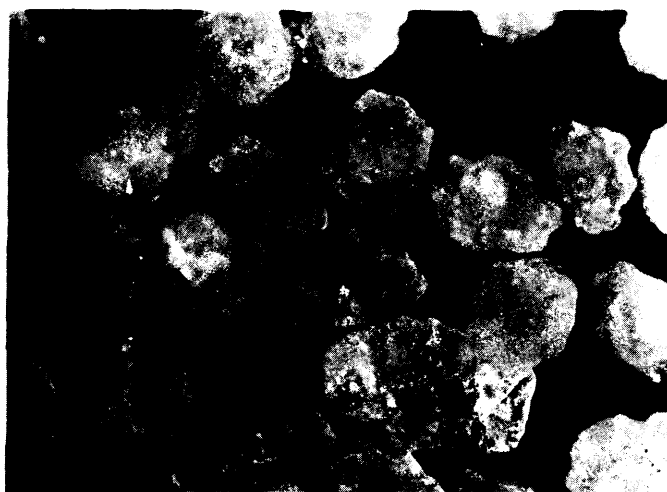
Fig.II.18



Ottawa fina



Ottawa media

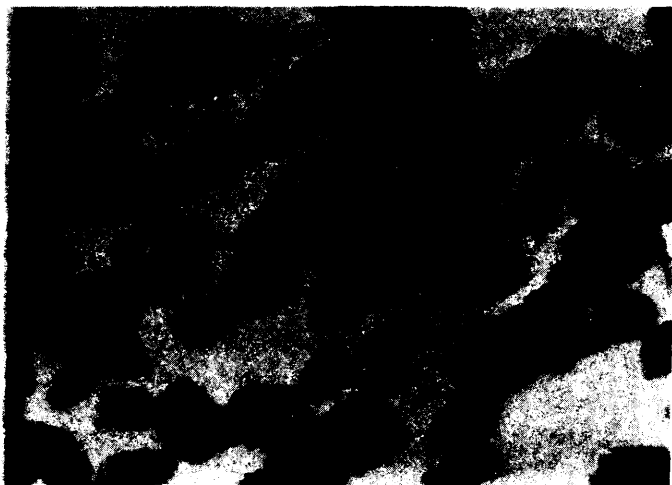


Ottawa gruesa

Fig. II-19



Coque fino



Coque medio



Coque grueso

Fig. II-20

Se estima que la excentricidad tal como ha sido definida, fué menor de 0,15 en las distintas experiencias efectuadas, por lo que el error debido a la excentricidad fué menor de un 1 %.

2.8.- Bibliografía.

- 1.- D.R. Flynn, "A Radial-Flow Apparatus for Determining the Thermal Conductivity of Loose-Fill Insulations to High Temperatures" Journal of Research of the N.B.S. C. Eng. and Inst., Vol. 67 C, No. 2, Abril-Junio 1963.
- 2.- Schleiermacher, A. Annalen der Physik und Chemie, 34 623-43, 1888.
- 3.- Baker y Co., 850 Passaic Avenue, East Newark, New - Jersey.
- 4.- S.M. Lang y R.F. Geller, "The Construction and Operation of Theoria Resistor-Typer Furnaces", Trans. Elec troche. Soc., 38, 121 (1945).
- 5.- H.E. Covan y J.L. Carruthers, "A Carbon Resistance - Furnace for P.C.E. Tests", Bull. Amer. Ceram. Soc., 30, 170 (1951).
- 6.- M. Balicki, E.G. Kendall y W.H. Orthman, "A Suspended Graphite-Spiral Furnace", Metal Prog., 60 (8), 72 (1951).
- 7.- A.B. Newman, "Heating and Cooling Rectangular and - Cylindrical Solids", Ind. Eng. Chem., 28, 545 (1936).
- 8.- R. Calvert and L. Caldwell, "Loss of heat from furna- ce walls", Ind. Eng. Chem., 16, pp. 483-490 (1924).
- 9.- International Critical Tables, Vol. II, p. 315 (McGraw Hill, New York, N.Y. 1927).
- 10.- H.W. Godbee, "Thermal Conductivity of Magnesia, alumi- na and zirconia powders in air at atmospheric pressure from 200 to 1500 °F" Oak Ridge National Lab., April 1966.
- 11.- M.J. Laubitz, "Thermal Conductivity of Powders", Can. J. Phys. Vol. 37 (1959).
- 12.- Schotte, W. A.I.Ch.E. Journal, 6, 63-67 (1960).
- 13.- Jakob, M. "Heat Transfer", John Wiley and Sons, N.Y. 1960.
- 14.- Cita (2) de este capítulo.
- 15.- Carslaw, H.S. y Jaeger J.C. "Conduction of He at in Solids" Oxford University Press 1959.
- 16.- Weininger, J.L. y Schneider, W.G. Ind. and Eng. Chem. 43, 1229-1233 (1951).

C A P I T U L O I I I

R E S U L T A D O S E X P E R I M E N T A L E S

I N D I C E

- 3.1.- Introducción.
- 3.2.- Experiencias con materiales de construcción del horno Acheson.
 - 3.2.1.- Arena de Ottawa.
 - 3.2.2.- Electrocoque.
 - 3.2.3.- Mezcla calorífuga del horno Acheson.
- 3.3.- Experiencias con materiales utilizados en la metalotermia con magnesio para la obtención de uranio.
 - 3.3.1.- Tetrafluoruro de uranio.
 - 3.3.2.- Mezclas de tetrafluoruro de uranio y magnesio.
 - 3.3.3.- Fluoruro de magnesio.

3.1.- Introducción.

Al presentarse el problema de la elección de uno ó varios sistemas sólido-gas que ofrezcan un interés industrial desde el punto de vista de la medida de su conductividad térmica para la parte experimental de este trabajo, se han seleccionado dos, los componentes arena y coque como fase sólida de la mezcla que rodea los hornos de grafitización y la carga de UF_4 en polvo con Mg empleada en las magnesiotermias.

Estos dos sistemas presentan unas características especiales y en cierto modo opuestas, ya que actúan - respectivamente como una mezcla calorífuga y una carga que debe ser muy conductora. En ellos el calor se transmite - desde dentro hacia fuera en el primero, y desde fuera hacia dentro en el segundo; su conductividad térmica por lo tanto juega un papel esencial.

En efecto, la eficacia de la calorifugación de un apilamiento de carbón depende de varios factores (estado de la solera del horno, edad de los ladrillos, etc), pero sobretodo de la conductividad térmica de la capa aislante del material de relleno. Durante el período de calentamiento, el lecho granular se vá impregnando de las materias embreadas que destilan de la carga de electrodos. Estas materias tienden a aglomerar el material de relleno, perdiendo su poder aislante y formándose como una pasta desmenuzable. Al final del proceso es necesario molerlo nuevamente para corregir su composición y emplearlo de nuevo.

La magnesioterma es una reacción exotérmica que requiere un cebado previo. El calor necesario para iniciar la reacción se suministra exteriormente y la carga de $UF_4 + Mg$ debe transmitirlo en un tiempo suficientemente corto para que el interior de la misma haya alcanzado la temperatura de unos 500 °C con un gradiente mínimo.

Si la calefacción es excesiva en la pared del reactor, la reacción se inicia en las capas exteriores sin que en el interior se haya alcanzado la temperatura requerida. Entonces la mezcla quema mal obteniéndose un lingote que retiene escorias y una interfase poco definida.

Si por el contrario, la reacción se inicia cuando toda la masa tiene el nivel térmico adecuado, se obtiene un lingote de alta pureza en la capa metálica con una interfase bien definida.

El tiempo necesario para alcanzar el nivel térmico para un determinado programa de calefacción, depende en último término de la conductividad térmica de la carga.

3.2.- Experiencias con materiales de construcción del horno Acheson.

Las mezclas calorífugas de los hornos de cocción y grafitización se preparan a base de electrocoque y arena en distintas proporciones, según las características de cada uno de ellos. Por consiguiente, antes de medir la conductividad de una mezcla tipo se ha experimentado separadamente con los componentes para determinar la influencia que ejerce el tamaño de los granos y la densidad en su conductividad térmica.

3.2.1.- Arena de Ottawa.

Se han hecho las siguientes experiencias:

Conductividad térmica hasta 1000 °C de arena de Ottawa de tamaño de grano Tyler 16-20 y densidad = 1,531 gr/cc. Tabla II.1 y Figura III.1.

Conductividad térmica hasta 1000 °C de arena de Ottawa de tamaño de grano Tyler 35-100 y densidad = 1,450 gr/cc. Tabla III.2 y Figura III.2.

Conductividad térmica hasta 1000 °C de arena de Ottawa de tamaño de grano Tyler 60-200 y densidad = 1,352 gr/cc. Tabla III.3 y Figura III.3.

3.2.2.- Electrocoque.

Se han hecho las siguientes experiencias:

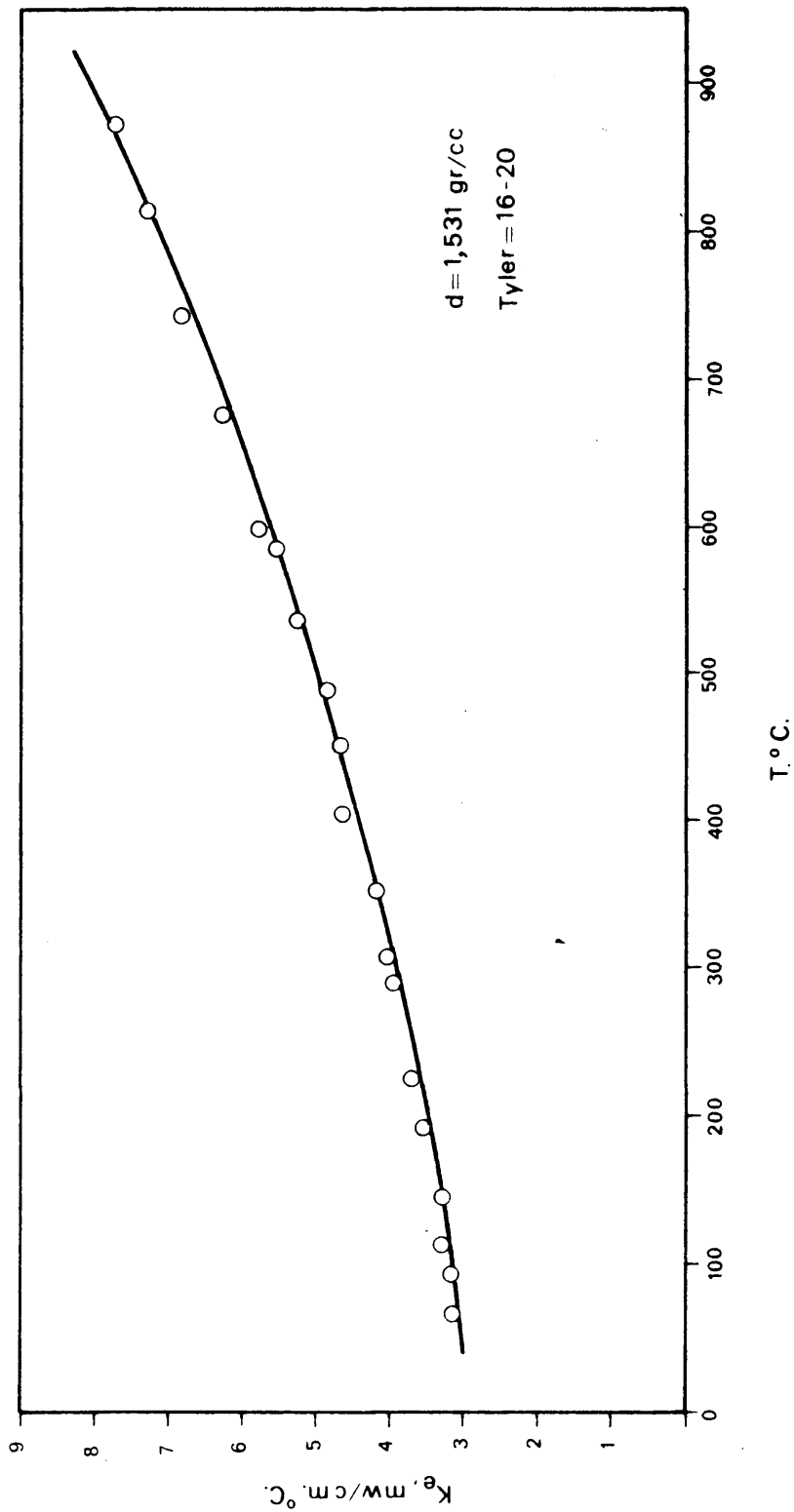
Conductividad térmica hasta 1000 °C de electrocoque Lockport de tamaño de grano Tyler 12-22 y densidad = 0,755 gr/cc. Tabla III.4 y Figura III.4.

Conductividad térmica hasta 1000 °C de electrocoque Lockport de tamaño de grano Tyler 12-22 y densidad = 0,696 gr/cc. Tabla III.5 y Figura III.5.

Conductividad térmica hasta 1000 °C de electrocoque Lockport de tamaño de grano Tyler 100-200 y densidad = 0,822 gr/cc. Tabla III.6 y Figura III.6.

TABLA III.1.- Conductividad térmica de la arena Ottawa, Tyler 15-20, d = 1,531

<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>Incrém. T</u>	<u>T_m</u>	<u>Kc, mw/cm °C</u>
367	336.3	1.329	16.120	30.70	351.65	4.22
423	386.25	1.486	18.950	37.35	404.9	4.58
511.25	460.30	1.758	19.700	50.95	485.77	4.83
73.75	57.25	0.970	8.900	16.5	55.5	3.12
121.9	103.1	1.065	10.298	19.8	113.00	3.31
208	174	1.382	14.575	34	191	3.55
313.5	255.9	1.645	19.100	47.6	239.70	3.98
101.25	80.6	1.072	10.175	20.65	90.92	3.15
160.3	132.75	1.215	12.270	27.55	146.5	3.23
241.75	205.75	1.423	15.606	36	223.75	3.72
330.5	279	1.710	20.240	51.5	304.75	4.06
484.75	415	2.000	26.628	69.75	449.9	4.55
519.25	453.1	1.960	25.812	66.15	485.2	4.85
569.75	502	2.026	28.780	67.75	535.9	5.28
621.5	546.1	2.143	31.525	74.9	583.6	5.55
786.5	705.25	2.340	38.000	81.25	746	5.85
719.5	632.5	2.380	37.050	97	676	6.31
633.5	562.5	2.131	31.450	71	598	5.84
851	769	2.400	40.100	32	810	7.40
924.75	815.25	2.750	49.000	109.5	870	7.80



CONDUCTIVIDAD TERMICA DE LA ARENA DE "OTTAWA"

Fig. III.1

Tabla III.2.- Conductividad térmica de la arena Ottawa Tyler 35-100 $\alpha = 1,450 \text{ gr/cc.}$

<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>Increm. T</u>	<u>V, vol</u>	<u>I amp</u>	<u>T_m</u>	<u>K, mw/cm²°C</u>
49	41	8	5,746	0,645	45	2,75
73	63	10	6,325	0,693	68	2,60
97,5	84,5	13	7,639	0,817	91,00	2,36
168,75	149,25	19,5	9,983	0,991	159,25	3,02
254,5	224	30,5	13,370	1,216	239,25	3,18
310,25	279,25	39	16,504	1,411	298,50	3,58
426	361	65	21,713	1,701	393,50	3,40
422	359	63	21,713	1,701	390,5	3,51
513,75	425,75	87,5	27,060	1,884	469,75	3,49
573,5	495	78,5	27,450	1,922	534,25	4,06
629,25	554,75	74,5	27,934	1,909	592	4,34
662,75	593,25	69,5	28,140	1,878	628	4,63
701,25	636,70	64,55	28,370	1,831	668,77	4,91
744	680	63,5	28,670	1,908	712	5,29
826,25	720,25	105,5	37,800	2,2846	773,25	5,01
911,25	755,25	155,5	47,250	2,710	833,25	5,04
936	764	172	50,090	2,890	850,0	5,16

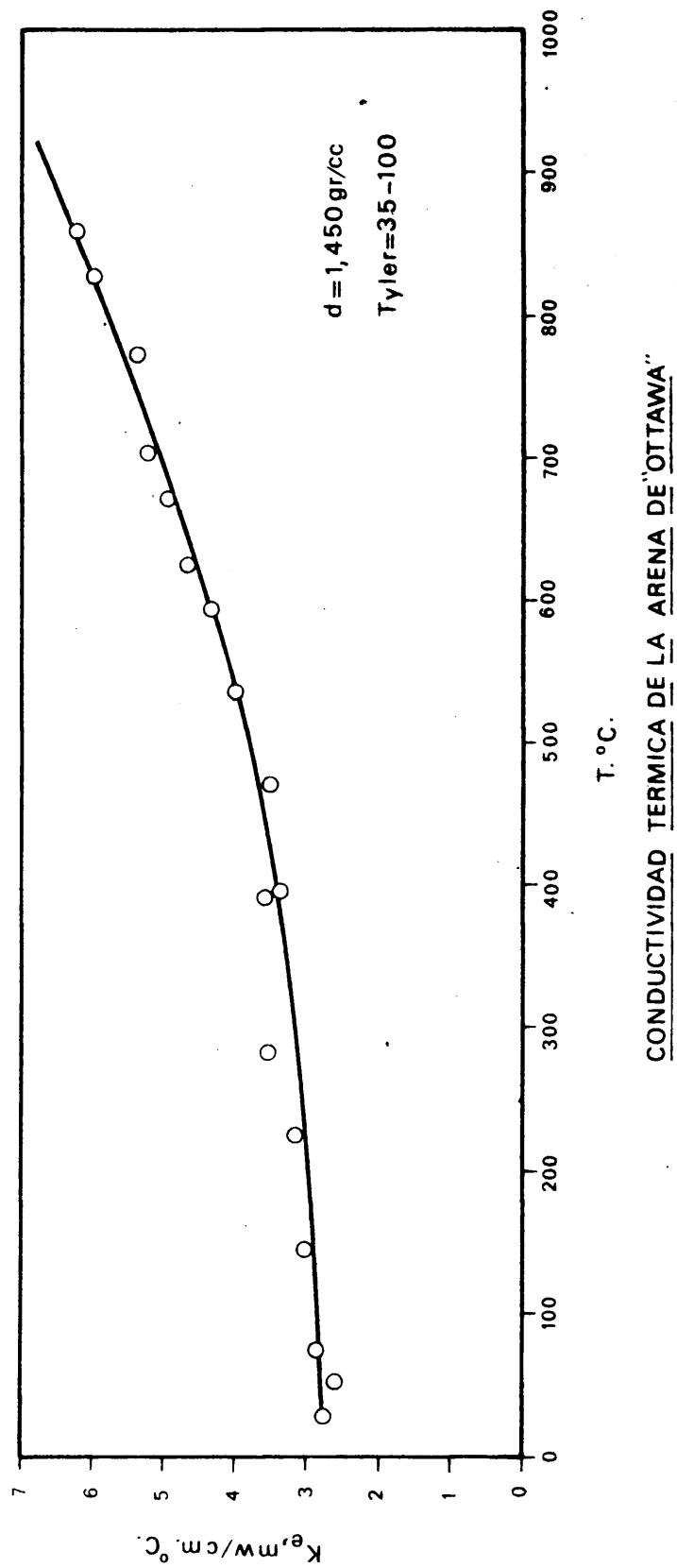
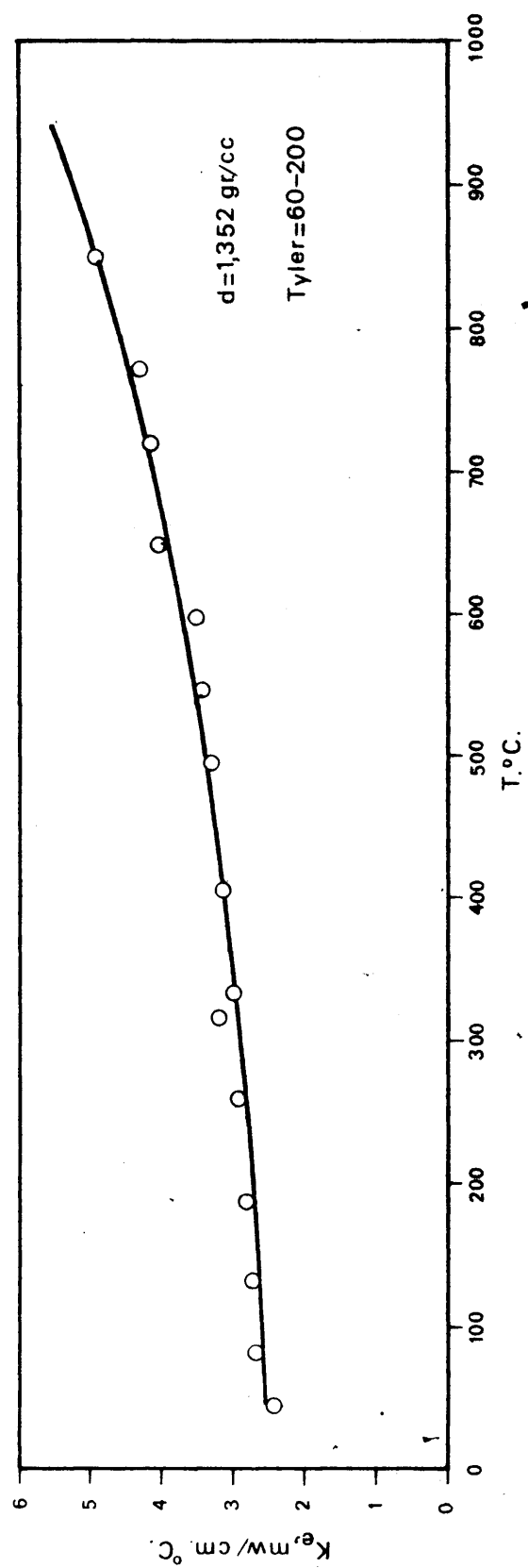


Fig. III.2

TABLE III.3.- Conductividad térmica de la arena Ottawa, Tyler 50-200, $\alpha = 1,3157 \text{ gr/cc.}$

<u>T₁</u>	<u>T₂</u>	<u>Increm. Δ</u>	<u>V, vol</u>	<u>I, amp.</u>	<u>T_m</u>	<u>k, mw/cm²C</u>
50	42	8	5,390	0,607	42	2,42
65,5	77	9,5	5,330	0,684	62	2,70
137,0	127,5	9,5	6,589	0,674	132,25	2,78
195,5	132,0	13,5	8,230	0,791	189	2,87
255,5	249,0	17,5	9,810	0,891	258	2,97
341,5	315,75	25,75	12,600	1,065	330	3,11
325,5	300,5	25	12,530	1,060	313	3,20
425,0	383,0	43	17,000	1,338	404,5	3,16
525,5	465,5	60	21,440	1,566	495,5	3,35
572,0	513,0	59	21,824	1,541	542,5	3,41
626,0	554,0	72	25,106	1,716	590	3,59
684,25	603,6	80,65	28,600	1,720	644	4,02
836,25	700,5	135,75	40,50	1,880	768,5	4,34
754,00	675,0	89	31,40	2,40	719,5	4,18
929	771	156	48,00	2,69	850	5,00

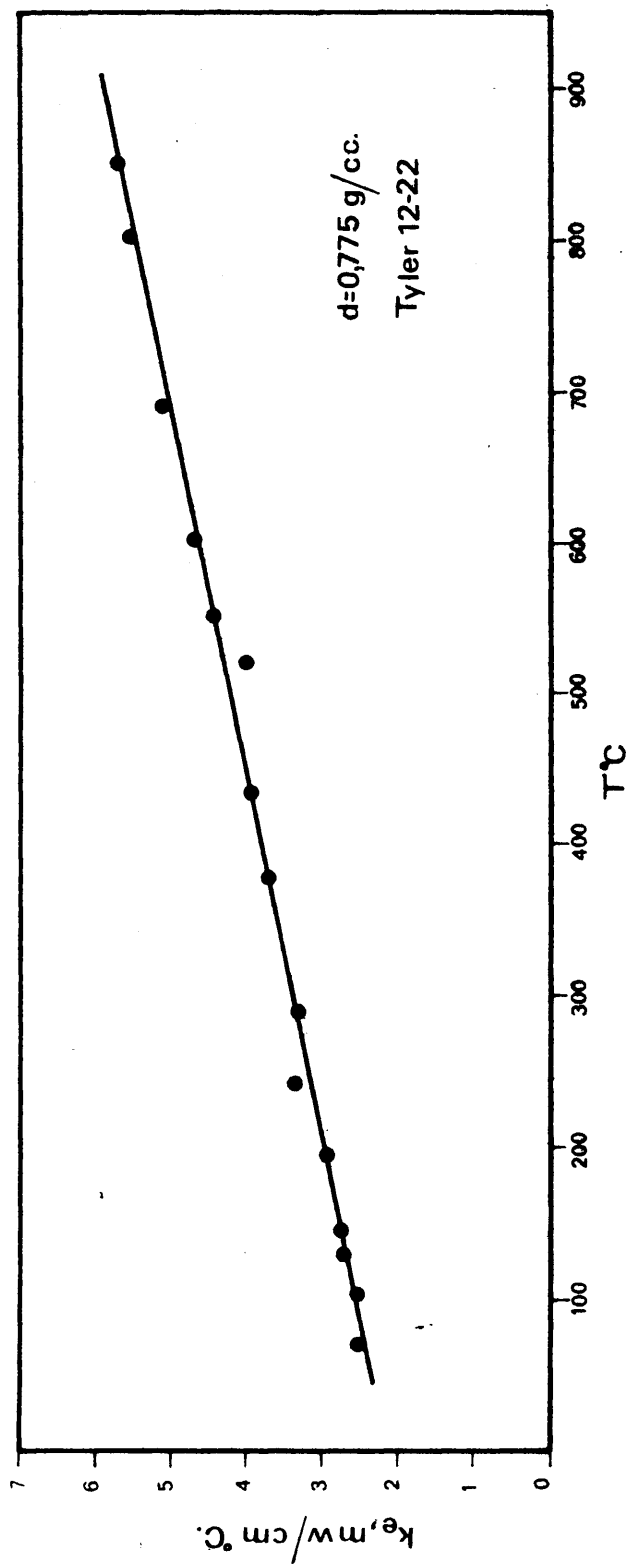


CONDUCTIVIDAD TERMICA DE LA ARENA DE "OTTAWA"

Fig. III.3

TABLA III.4.- Conductividad térmica de electrocoque Lockport Tyler 12-22, d = 0,755 gr/cc.

<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>temperatura °C</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>Ke, mw/cm °C</u>
75,8	68,1	0.594	5.445	7.65	72	2.51
108,4	97,65	0.693	6.533	10.75	103	2.50
150,1	139,8	0.689	5.810	10.3	145	2.71
146,4	133,2	0.790	8.260	13.25	194	2.93
246,2	229,75	0.915	10.100	16.45	238	3.37
297,6	276,4	0.996	11.520	21.20	287	3.24
391,4	358,6	1.290	15.400	32.75	375	3.64
457	406	1.605	20.800	51	431.5	3.94
555	490	1.80	25.04	65	522.5	4.20
521,5	458,5	1.79	25.75	63	549	4.40
636,2	567,8	1.94	29.1	68.40	602	4.72
608,3	527,3	2.10	32.8	81	688	5.20
850	750	2.32	38.3	100	800	5.50
924	786	2.73	47.4	138	855	5.80

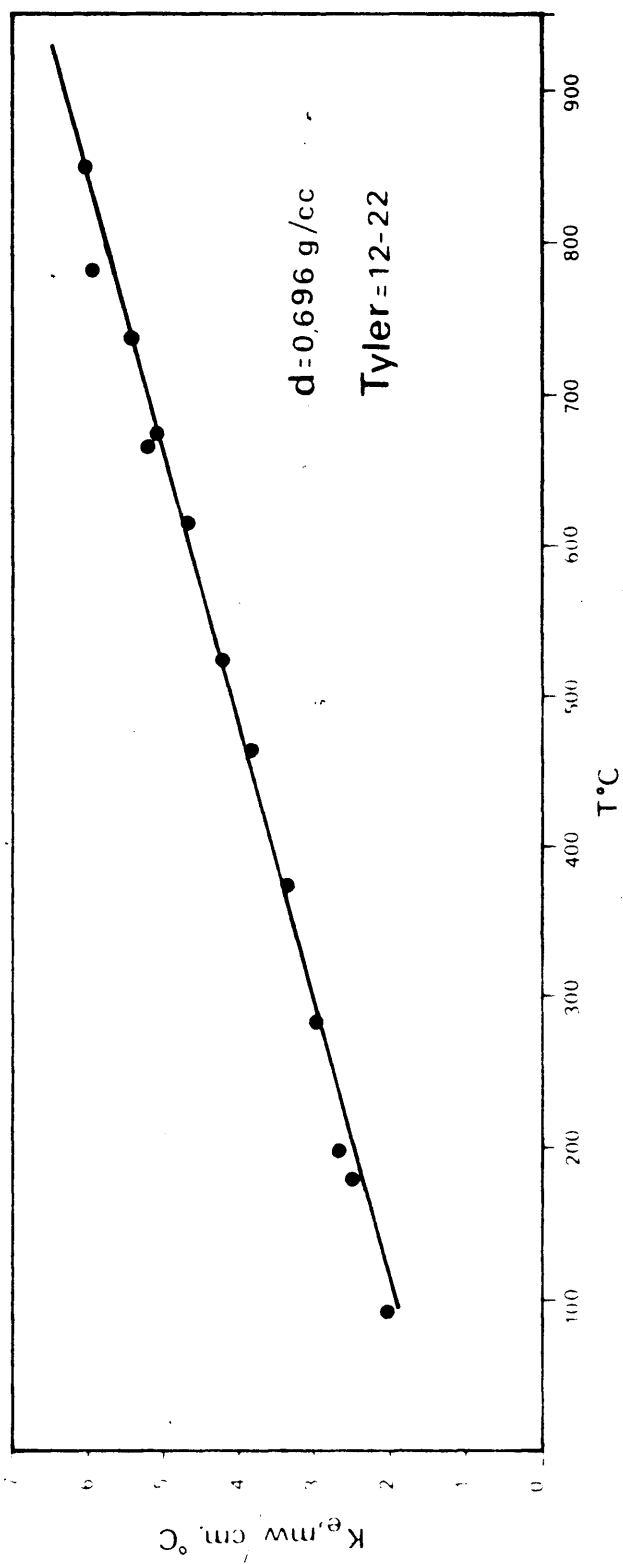


Conductividad térmica del electrocoque

Fig. III.4

TABLE III.5.- Conductividad térmica del Electrocoque Lockport Tyler 12-22 d = 0,696 gr/cc.

<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>I, amp.</u>	<u>V, volt.</u>	<u>Incrém. T</u>	<u>T_m</u>	<u>K_g</u>
55,25	56	0.515	5.72	10.25	89	2.02
155,6	144	0.75	7.89	13.5	180	2.51
176	156,75	0.91	9.61	19.25	196	2.69
208,25	249	1.30	15.10	39.25	281	2.98
308	342,5	1.60	19.98	55.5	370	3.45
459	392,75	1.77	23.9	66.25	460	3.85
549,5	488	1.72	24.5	61.5	519	4.14
625,5	534,6	2.12	32.2	90.9	612	4.57
664	581,5	2.14	32.6	82.5	656	5.18
669,25	586,5	2.10	32.4	82.75	662	5.03
771	642	2.62	43.1	129	734,5	5.38
836	672	3.06	51.1	164	782	5.90
932,5	767	3.10	52.0	165.5	850	6.00

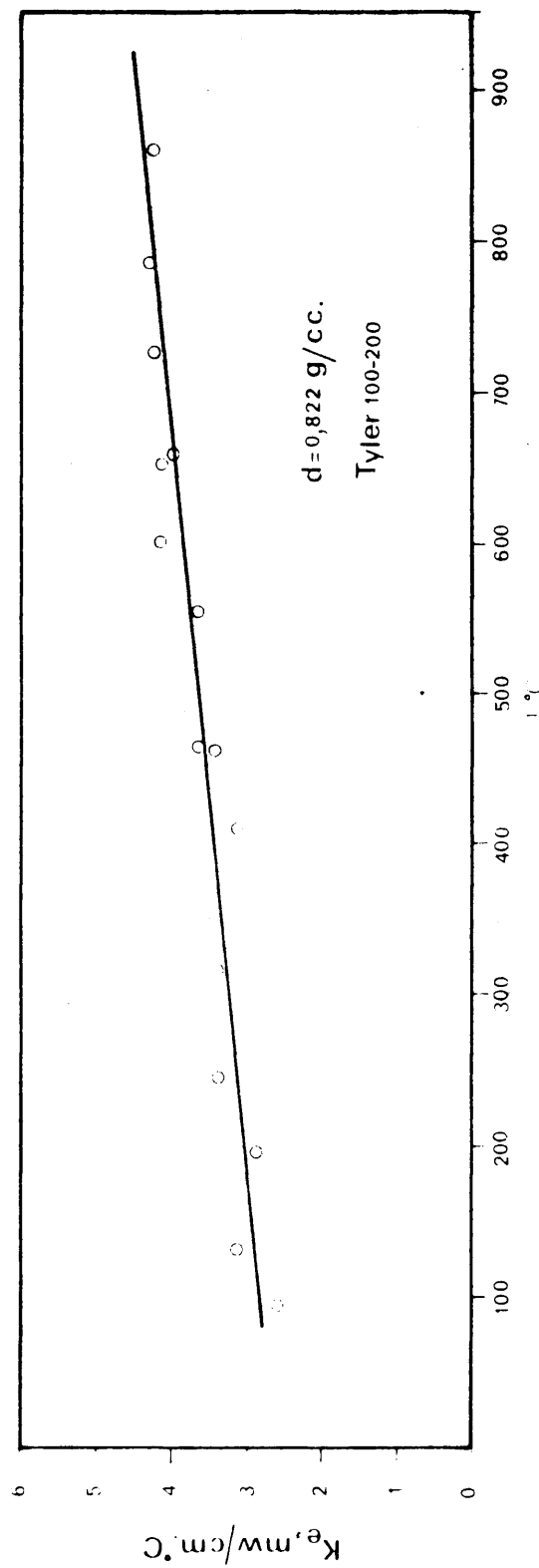


Conductividad térmica del electrocoque

Fig. III.5

TABLA III.6.- Conductividad térmica del Electrocoque Lockport Tyler 100-200, $d = 0,822 \text{ gr/cm}^3$

<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>Incram. T</u>	<u>V, volt.</u>	<u>I amp.</u>	<u>T_m</u>	<u>k.mw/cm²C</u>
75	65,5	9,5	6,26	0,663	96	2,58
108,75	99,25	9,5	7,06	0,709	130	3,14
176,25	162,7	13,55	8,31	0,788	193	2,87
227,75	211,5	16,25	10,1	0,910	243,6	3,38
301,75	273,7	28	13,65	1,18	312	3,44
416	350,9	55,1	20,75	1,62	407	3,08
462,5	402,2	60,30	20,7	1,64	456	3,37
498	440,8	57,2	21,2	1,62	469	3,60
553	497	56	22,0	1,52	551	3,58
626,75	565	61,75	25,0	1,70	596	4,16
667	586,6	80,4	28,5	1,87	653	4,10
681,25	598,5	82,75	29,0	1,88	666	3,97
792,5	659,5	133	38,8	2,38	726	4,20
886	684	202	50,5	2,84	785	4,31
975	756	219	51,0	3,05	865	4,30



Conductividad térmica del electrocoque

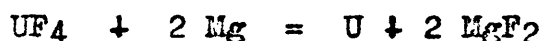
Fig. III.6

3.2.3.- Mezcla calorífuga del horno Acheson.

Se hizo la determinación de la conductividad - térmica hasta 1000 °C de una mezcla tipo corregida empleada en un horno industrial de fabricación de grafito. Tabla III.7 y Figura III.7.

3.3.- Experiencias con materiales utilizados en la metalotermia con magnesio para la obtención de uranio.

La reducción del UF₄ a uranio metálico ocurre en la magnesioterma según la reacción



La reacción debe llevarse a efecto a una temperatura tal que los productos de la reacción sean líquidos para favorecer la separación del uranio metal de las impurezas y del MgF₂.

Los factores que pueden intervenir en la conductividad térmica de la carga de una magnesioterma, son la densidad, la granulometría del UF₄ y el exceso de Mg por encima del porcentaje estequiométrico (13,3 %). La conductividad térmica de la capa de MgF₂ que rodea la carga también es interesante. Por ello se han realizado las experiencias que se detallan a continuación.

3.3.1.- Tetrafluoruro de uranio.

Se han determinado las siguientes curvas:

Conductividad térmica del UF₄ en polvo $d = 2,03$ gr/cc. Tabla III.8 y Fig. III.8.

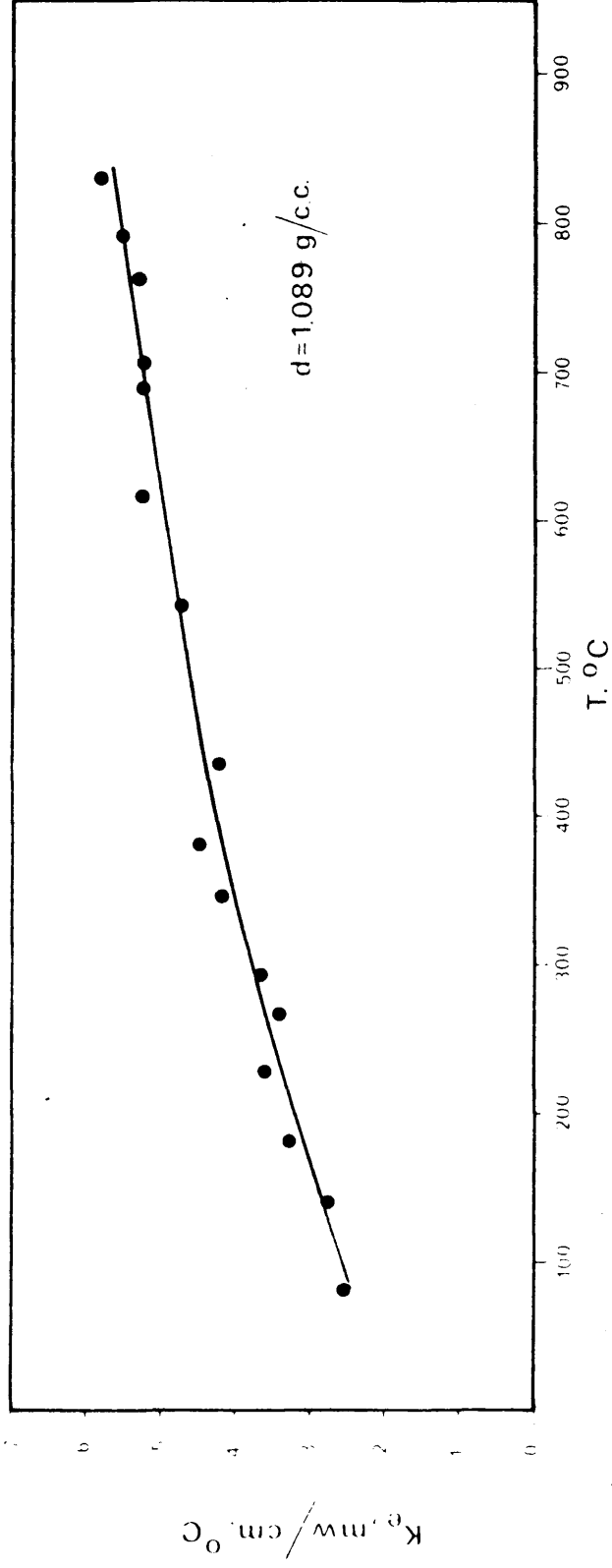
Conductividad térmica del UF₄ en polvo $d = 2,76$ gr/cc. Tabla III.9 y Fig. III.9.

Conductividad térmica del UF₄ en polvo $d = 3,1$ gr/cc. Tabla III.10 y Fig. III.10

Conductividad térmica del UF₄ en polvo $d = 3,35$ gr/cc. Tabla III.11 y Fig. III.11.

TABLA III.7.- Conductividad térmica de una novela calorífuga tipo para horno Acheson,
 $d = 1,089 \text{ gr/cc.}$

<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>Incen. T</u>	<u>T_m</u>	<u>ke, mw/cm °C</u>
105,25	92,75	0,773	7,490	12,50	123,0	2,755
143,25	125,75	0,893	8,95	17,50	159	2,714
127,5	111	0,895	8,73	16,5	140,25	2,785
215,5	195,75	1,037	11,23	19,75	227,75	3,541
171,25	150,5	1,049	10,85	20,75	182,85	3,283
256,25	228,5	1,184	13,21	27,75	264,35	3,380
281,75	257,25	1,124	13,07	24,5	293,5	3,605
331,25	307,75	1,161	13,93	23,5	345,5	4,166
364,25	341,75	1,147	14,34	22,5	381	4,441
421,5	395,5	1,136	14,66	26,0	436,5	3,863
539,25	495,25	1,53	21,6	43,0	541,75	4,684
612,5	572,75	1,50	22,4	39,75	616,75	5,185
697,5	639	1,76	28,16	58,5	693,25	5,197
725,25	652,5	1,96	31,3	72,75	705,36	5,172
793	680,25	2,41	40,35	112,75	764,6	5,298
832,75	697	2,64	45,5	135,75	793	5,446
887,5	719,5	3,04	51,5	168,0	831,5	5,769



CONDUCTIVIDAD TERMICA DE LA MEZCLA CALORIFUGA DEL
HORNO "ACHESON"

Fig. III.7

TABLA III.8.- Conductividad térmica de polvo de UF₄ fino, d = 2,03 gr/cc.

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>ke, mw/cm °C</u>
0,534	5,340	135,5	92,0	43,5	114	0,37
0,450	4,418	117	87	30	102	0,38
0,649	6,874	188	133	55	160,5	0,46
0,706	8,260	290	225,5	65	258	0,51
0,618	6,974	277,5	227,0	50,5	245	0,49
0,832	9,710	347	273	75	310	0,62

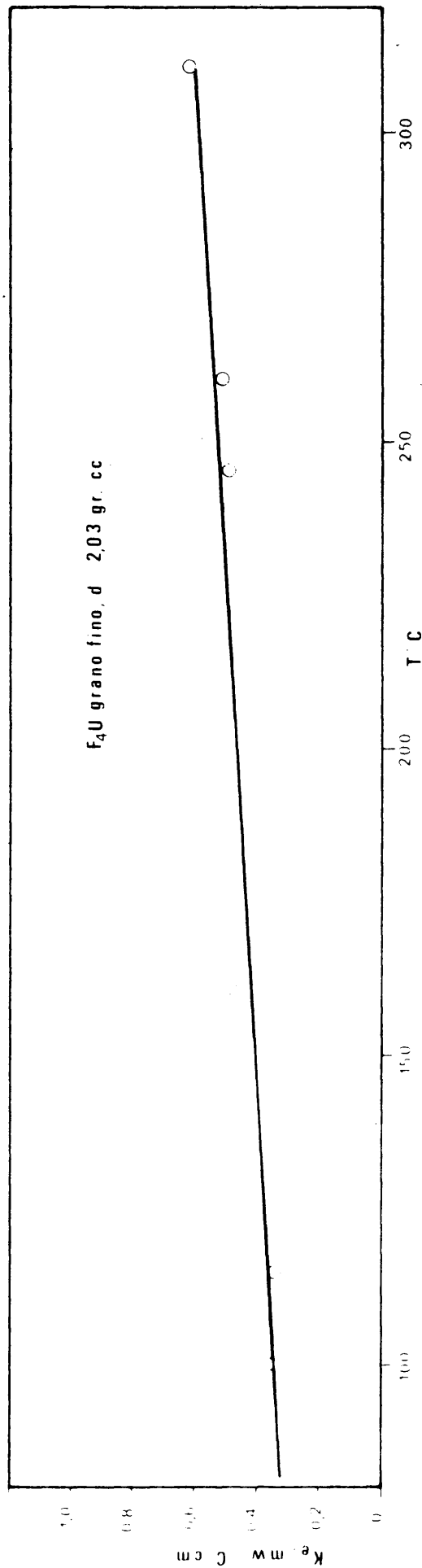
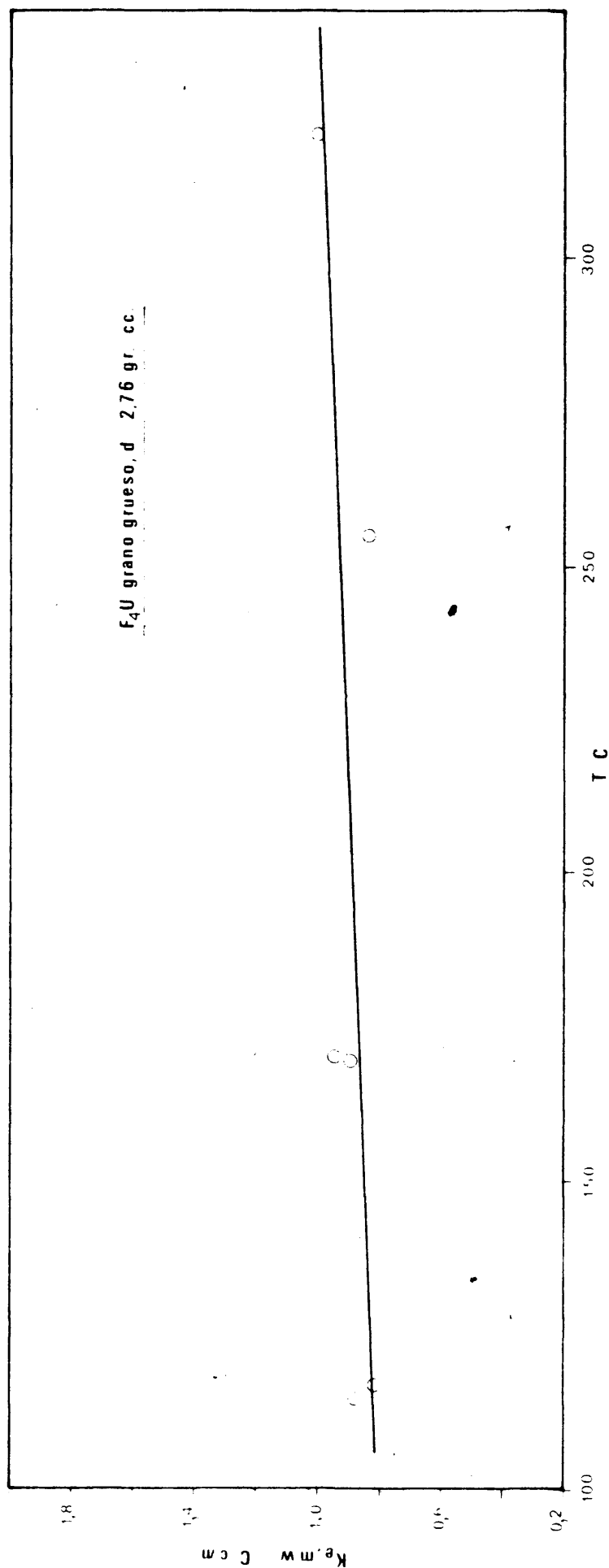


Fig III.8

TABLA III.9.- Conductividad térmica de polvo de UF4 grano grueso, d = 2,76 μ m/cc.

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>k_o, mw/cm °C</u>
0,7990	3,000	135,5	93,5	42	114,5	0,80
0,6925	5,031	134,5	100	34,5	117,25	0,79
0,9554	10,355	201,25	141,5	59,75	171,4	0,96
0,670	9,365	195,25	143	52,25	169,1	0,90
1,1010	12,940	306	204	102	255	0,83
1,2130	15,192	351,5	265,5	106,5	310,25	1,005

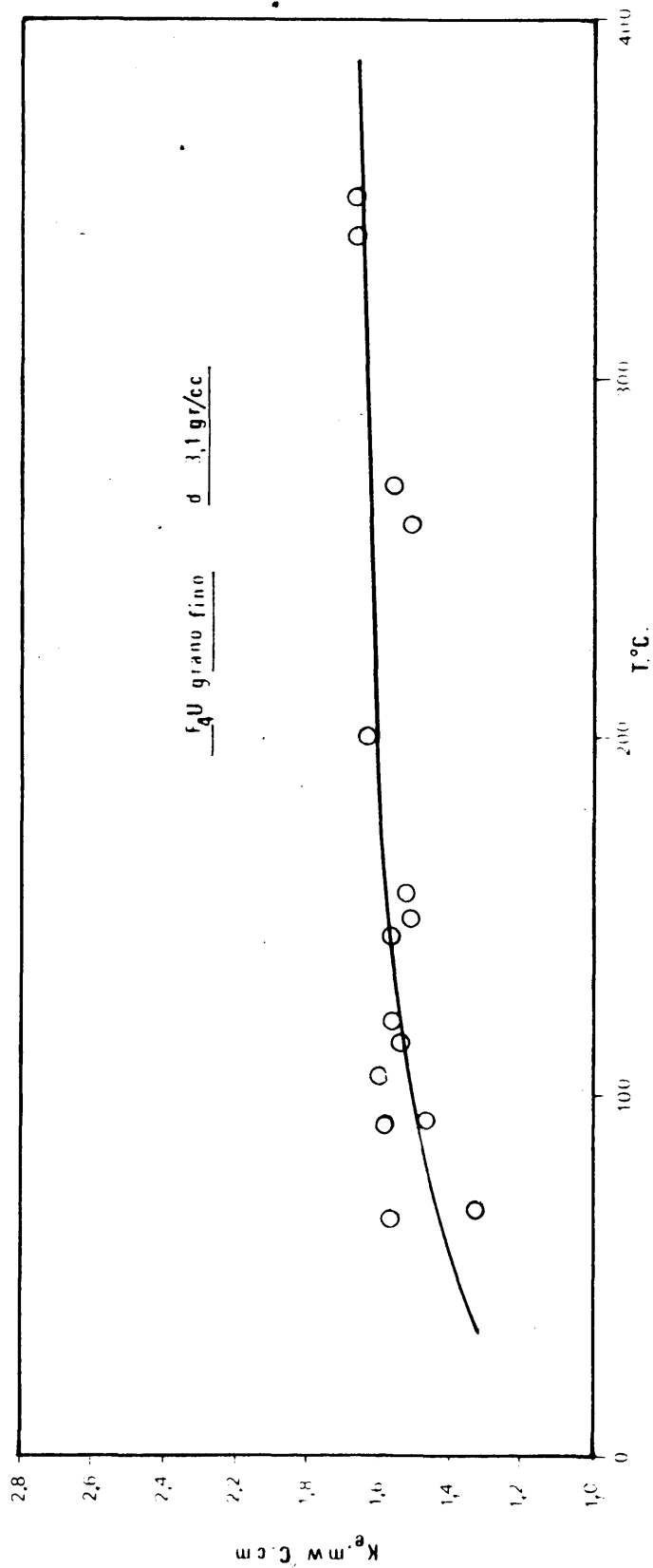


Conductividad térmica del F_4U en polvo

Fig. III 9

TABLA III.10.- Conductividad térmica de UF₄, d = 3,1 gr/cc.

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>ke, mw/cm °C</u>
0,552	5,05	76	66,25	9,75	71	1,68
0,578	5,40	100	87,5	12,5	94	1,46
0,657	6,17	100	85	15	92	1,58
0,714	6,37	114	96	18	105	1,60
0,785	7,59	127,75	105,5	22,25	116	1,57
0,509	4,67	73	62,5	10,5	67	1,32
0,579	5,25	69,75	58,5	11,25	64	1,58
0,746	6,97	99,5	79	20,5	89	1,48
0,940	9,18	136,5	104,5	32	120	1,58
1,045	10,50	164,5	123,5	41	144	1,57
1,141	11,75	177,5	126	51,5	151	1,52
1,148	11,78	182,5	131	51,5	157	1,54
1,260	13,55	230,25	169	61,25	199	1,53
1,448	16,68	313	222,5	90,5	267	1,56
1,391	15,95	303	216	87	259	1,49
1,700	21,04	402	274	128	338	1,64
1,699	21,25	410	281	129	346	1,64

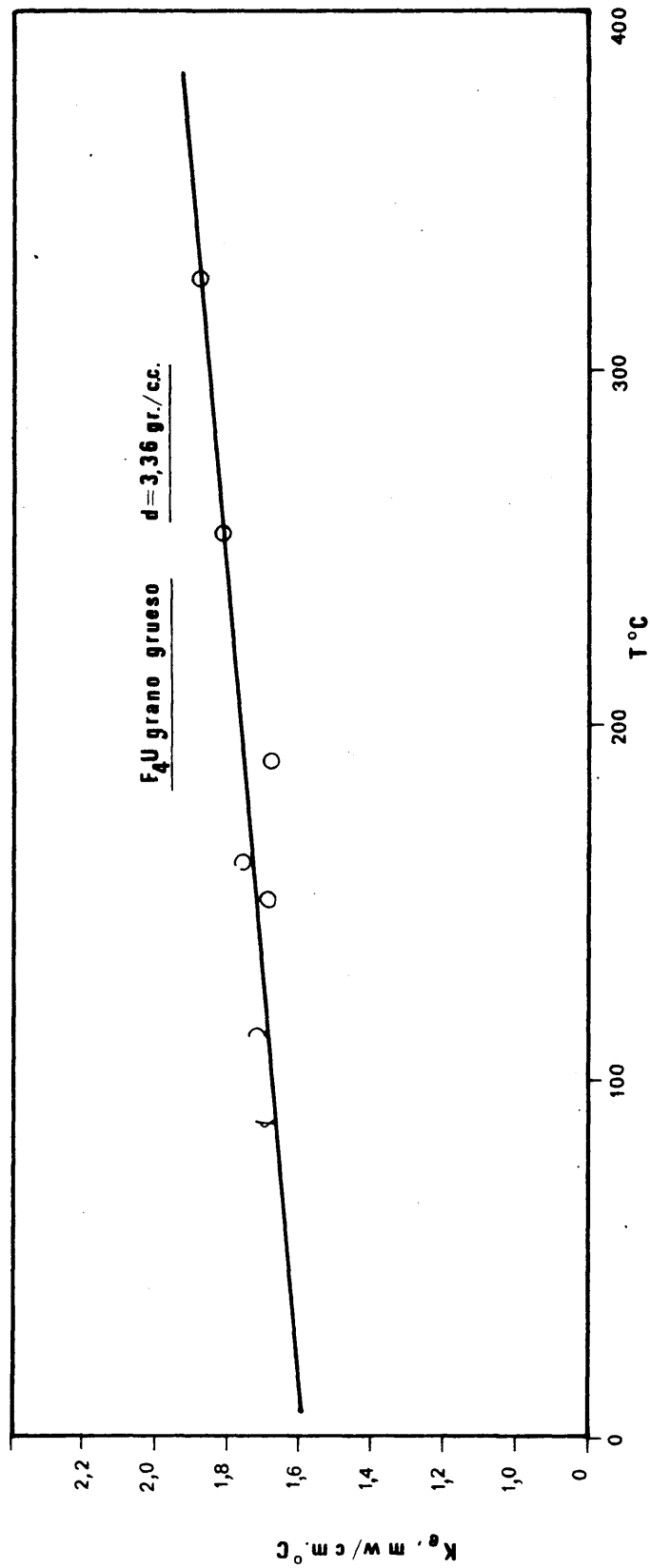


Conductividad termica del F_3U

Fig III.10

TABLA III.11.- Conductividad térmica de polvo de UF₄ grueso, $d = 3,356$ gr/co.

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>K_e, mw/cm °C</u>
0,457	4,19	86,25	80	6,25	83	1,73
0,603	5,75	118,25	106,5	11,75	112	1,73
0,766	7,62	158	137,5	20,5	148	1,69
0,898	9,24	188	159	29	189	1,68
0,593	5,45	82,5	71	11,5	83	1,65
1,04	12,32	343	304	39	324	1,93
0,553	5,21	98	88,25	9,75	98	1,78
0,866	8,68	168,5	144	24,5	156	1,80
0,936	10,46	270	238	31,5	254	1,82



Conductividad térmica del F₄U en polvo

Fig.M.11

3.3.2.- Mezclas de UF₄ y Mg.

Se han determinado las siguientes curvas:

Conductividad térmica de una mezcla de UF₄ con 14 % Mg, $d = 2,05$ g/cc. Tabla III.12 y Fig. III.12.

Conductividad térmica de una mezcla de UF₄ con 14 % Mg, $d = 2,7$ g/cc. Tabla III.13 y Fig. III.13.

Conductividad térmica de una mezcla de UF₄ con 20 % Mg, $d = 2,7$ g/cc. Tabla III.14 y Fig. III.14.

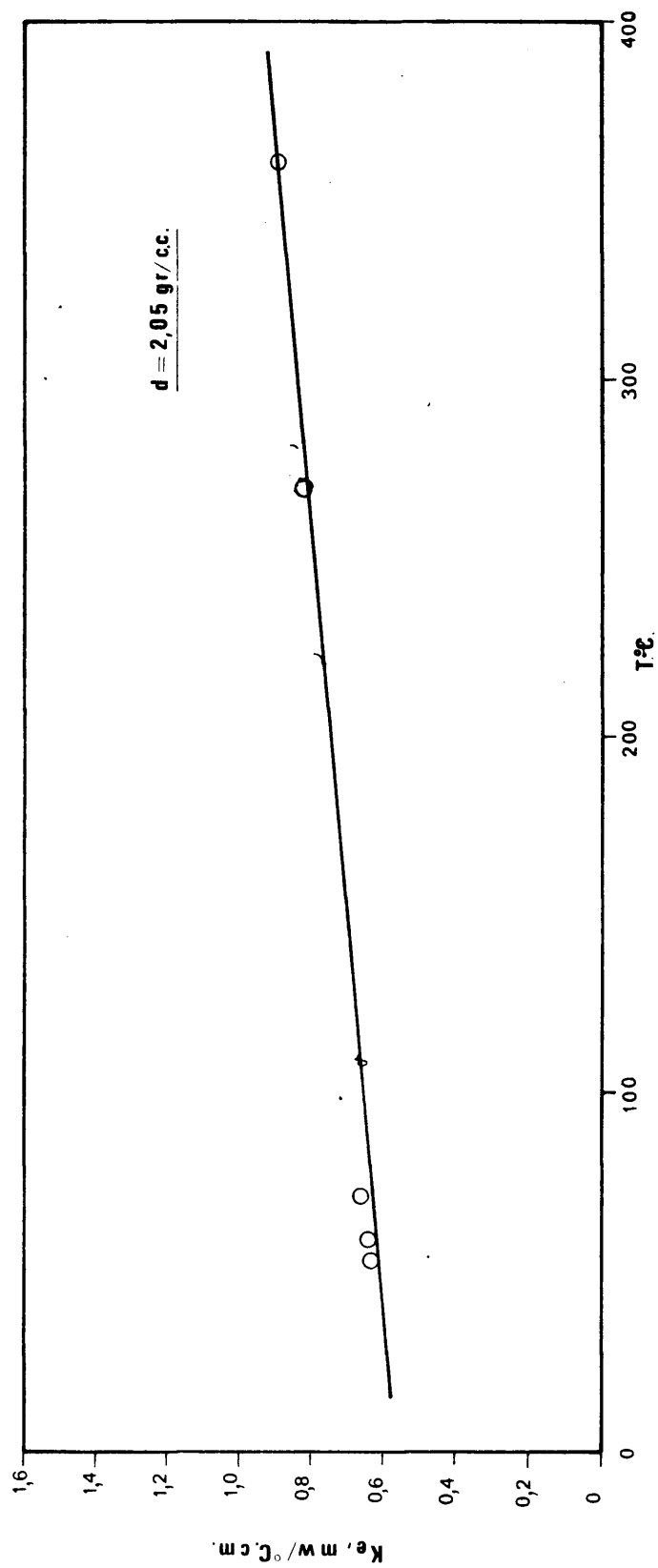
3.3.3.- Fluoruro de Magnesio.

Se ha realizado la experiencia siguiente:

Conductividad térmica del recubrimiento de F₂Mg. Tabla III.15 y Fig. III.15.-

TABLA III.12.- Conductividad térmica de la mezcla UF4-14 % Mg, $d = 2,05 \text{ gr/cc.}$

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>k_e, mw/cm²C</u>
0,502	4,703	65,5	43,5	22	54,5	0,62
0,603	5,730	75,5	42,5	32	58,5	0,62
0,712	7,890	244	201	41	221	0,79
0,740	7,200	94	47	47	71	0,65
0,837	9,760	307	252	55	279	0,86
0,892	9,090	143	74	69	109	0,68
0,985	12,460	400	320	80	360	0,88
0,997	11,822	316,5	227	89	272	0,76

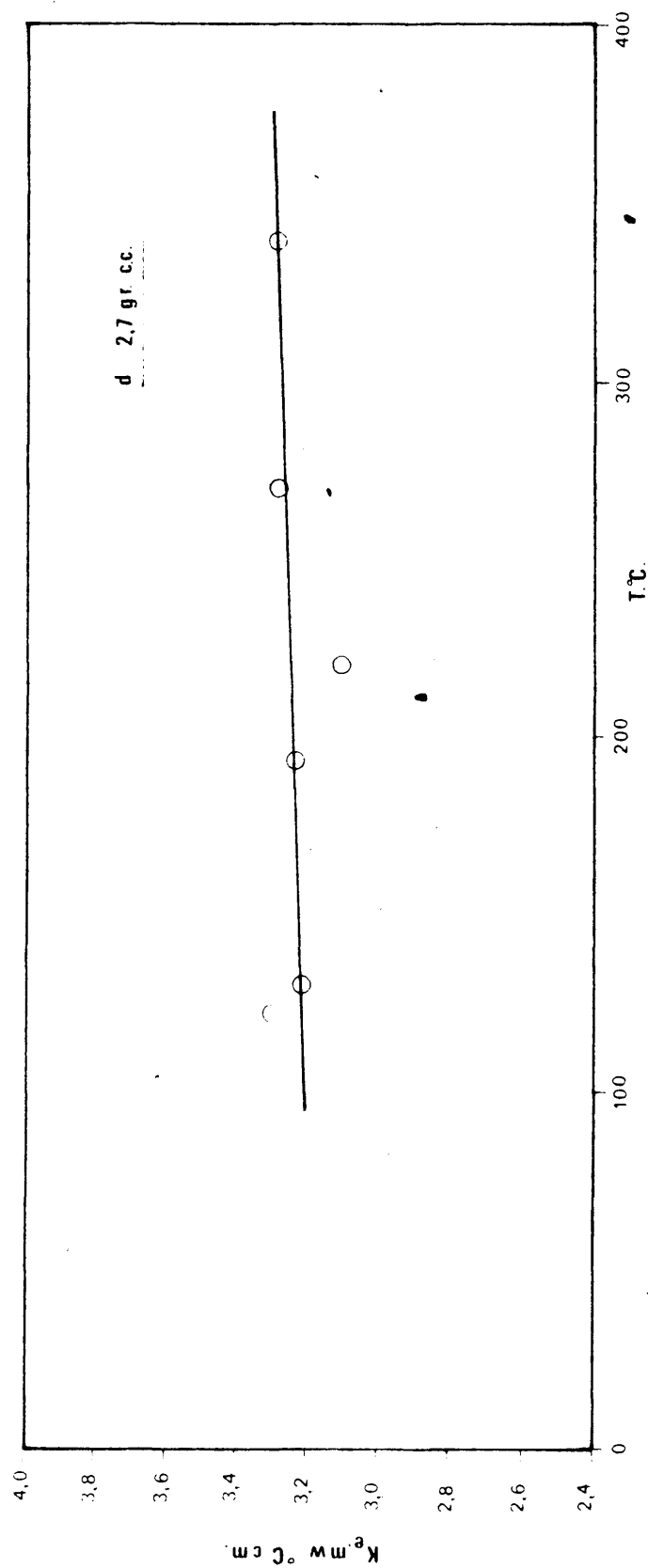


Conductividad térmica del F_4U 14% Mg .

Fig. III 12

TABLA III.13.- Conductividad térmica de la mezcla UF₄-14 % Mg, d = 2,7 gr/cc.

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>k_e, mw/cm °C</u>
1,01	10,438	202	183	19	192	3,22
0,672	6,535	133	125	8	129	3,29
1,209	12,980	234	204	30	219	3,12
1,42	15,94	290	249	41	269	3,31
1,70	21,05	373	318	65	340	3,30
0,697	6,970	134,25	125,5	8,75	130	3,24

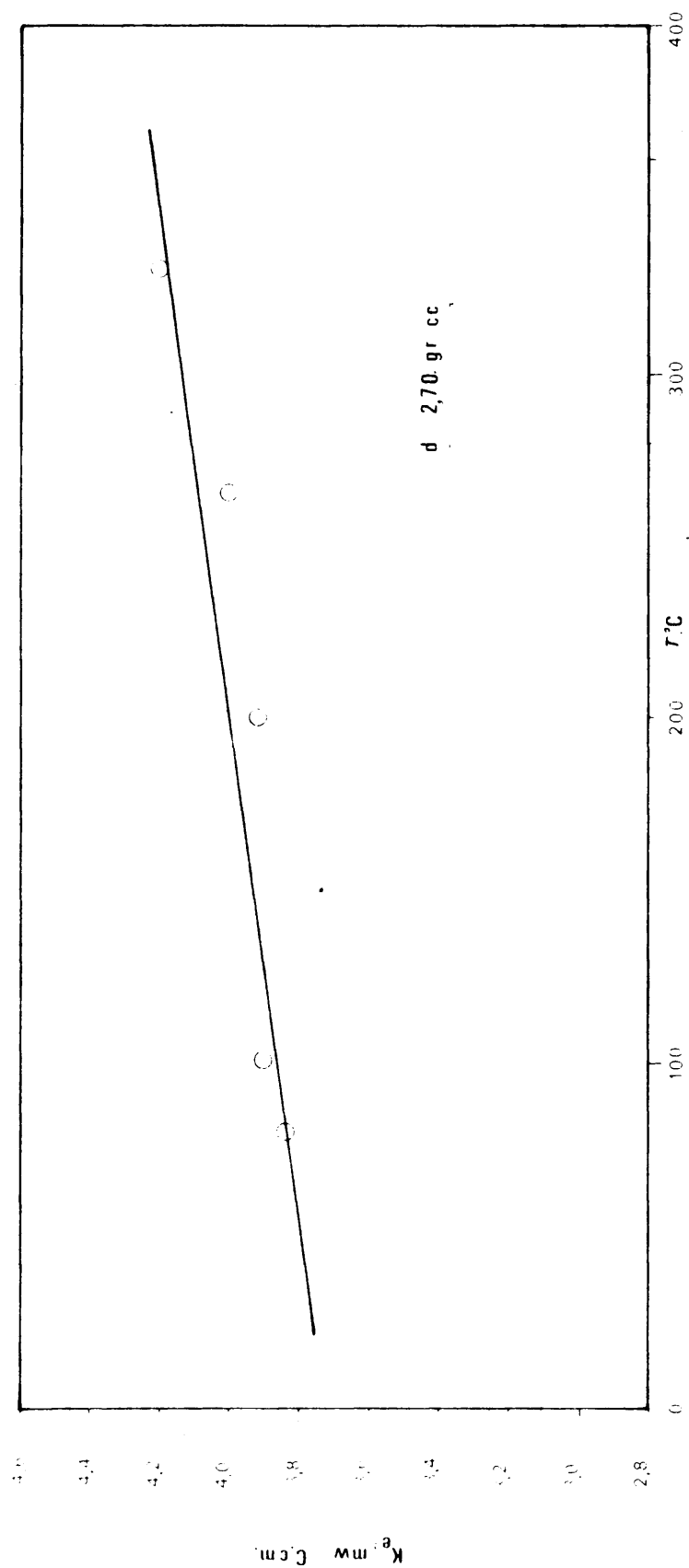


C_6 ductividad térmica del $\text{F}_2\text{U 14 Mg}$

Fig. III.13

TABLA III.14.- Conductividad térmica de la mezola UF4 - 20 % Mg, d = 2,70 gr/cc.

<u>I, amp.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>ke, mw/cm °C</u>
0,717	6,65	87	78	9	83	3,83
0,728	6,86	103,5	96	7,5	100	3,91
1,576	19,1	360	316,5	43,5	338	4,19
1,14	11,2	208,25	188,5	19,75	198	3,90
1,343	15,51	280,5	239,5	31	265	4,06

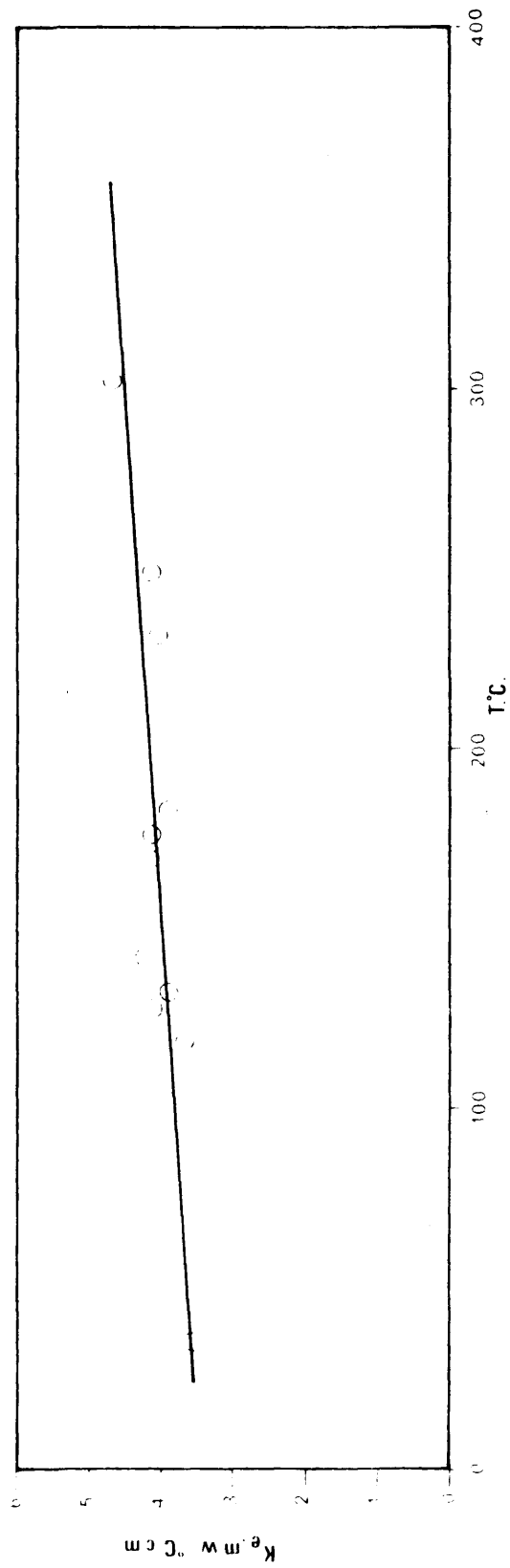


Conductividad térmica del $\text{F}_4\text{U } 20 \text{ Mg}$

Fig. III 14

TABLA III.15.- Conductividad térmica del recubrimiento de F2Mg, $\delta = 2,2$ gr/cc.

<u>I, amf.</u>	<u>V, voltios</u>	<u>T₁, °C</u>	<u>T₂, °C</u>	<u>T</u>	<u>T_m, °C</u>	<u>ke, mw/cm °C</u>
0,919	8,15	41	28	13	34,5	3,46
0,888	9,00	132	120,5	11,5	126	4,21
1,5114	16,514	319,5	286,5	33	303	4,61
1,002	9,46	105	90,5	14,5	98	3,95
1,21	11,84	132,5	111,5	21	122	4,13
1,039	10,01	116,5	101,5	15	109	4,20
1,312	13,445	177,5	150,5	27	164	3,95
1,424	14,866	200	166,75	33,25	183	3,84
1,422	14,736	187,5	157	30,5	172	4,16
1,18	11,62	144,5	125	19,5	135	4,26
1,40	15,96	248,7	215,3	33,5	232	4,00
1,448	16,68	267,7	232,3	35,5	250	4,10



Conductividad térmica del recubrimiento de F_2Mg

Fig. III.15

C A P I T U L O I V

DISCUSION DE LOS RESULTADOS

I N D I C E

- 4.1.- Discusión del método de medida.
- 4.2.- Experiencias con materiales de construcción del horno Acheson.
 - 4.2.1.- Arena de Ottawa.
 - 4.2.2.- Electrocoque.
 - 4.2.3.- Mezcla calorífuga del horno Acheson.
- 4.3.- Experiencias con materiales utilizados en la metalo-
termia con magnesio para la obtención de uranio.
 - 4.3.1.- Tetrafluoruro de uranio.
 - 4.3.2.- Mezclas de tetrafluoruro de uranio y magne-
sio.
 - 4.3.3.- Fluoruro de magnesio.
- 4.4.- Comparación de los resultados con las fórmulas pro-
puestas por varios autores.
 - 4.4.1.- Cálculo de las curvas teóricas a partir de
los valores experimentales.
- 4.5.- Bibliografía.

4.1.- Discusión del método de medida.

La medida del incremento de temperatura descrito en este trabajo representa una desviación de la técnica usada en los métodos de flujo radial descrita en la bibliografía reciente. La posibilidad de contaminación química de los termopares por la muestra se reduce mucho, al mismo tiempo que se evita el difícil problema de determinar la posición de los mismos, al estar localizados en los orificios de la carcasa.

Sin embargo, con el método de medida usado, se deben considerar las caídas de temperatura en la carcasa y en el calefactor central e incluso si fuera necesario, la caída en la interfase con la muestra. Por otra parte - el termopar axial colocado en la región central del calefactor ocupa una zona donde no hay prácticamente gradientes de temperatura, y por tanto, alcanza con una gran precisión la temperatura de la zona que lo rodea sin perturbar el flujo de calor.

La teoría de una función potencial logarítmica y armónica muestra que el valor de la temperatura en el centro de un círculo es igual a la media de los valores sobre la circunferencia del círculo (1,2). Por lo tanto, la temperatura medida en el eje del calefactor es igual a la temperatura media en una superficie ficticia de $r = r'$.

La diferencia entre la temperatura media de la superficie ficticia en $r = r'$ y la temperatura media de la superficie del calefactor a $r = a$, puede ser hallada a partir de la fórmula 8 del Cap. II, la cual es válida - sea cual fuere la distribución de fuentes de calor en el círculo $r = r'$, como ha sido demostrado por Peavy (3) al analizar un sistema constituido por la muestra y el calefactor con fuentes de calor lineales.

De igual manera la diferencia de temperatura entre la superficie interior de la carcasa y el círculo de termopares tangenciales, $T_b - T_a$, puede calcularse a partir de la fórmula 9 del Cap. II. El error en la determinación de la diferencia de temperatura entre la superficie interior de la carcasa y el termopar del calefactor central se estima menor de un 2 %. Combinando los errores producidos en la medida de $T_o - T_a$, $T_b - T_c$, se estima que el máximo error en la determinación del gradiente de temperatura a través de la muestra es inferior a un 3 %.

Finalmente, para materiales granulares de baja conductividad térmica, como los considerados en este tra-

bajo, los errores debidos a la resistencia térmica en contacto entre la muestra y la superficie del calefactor y la superficie de la carcasa se pueden estimar despreciables.

4.2.- Experiencias con materiales de construcción del horno Acheson.

4.2.1.- Arena de Ottawa.

Los resultados obtenidos con la arena de Ottawa de diferente granulometría (Fig. III.1 a III.3), muestran que su conductividad térmica crece regularmente con la temperatura. A temperaturas bajas (hasta 300 °C aproximadamente) la representación es prácticamente lineal, convirtiéndose en exponencial a temperaturas superiores. Se deduce entonces, que si bien al principio la principal contribución a la transmisión de calor se hace por conducción, a unos 400 °C el mecanismo de la radiación se acentúa en todas las granulometrías ensayadas. En efecto, a esa temperatura las curvas presentan ya una concavidad hacia arriba motivada porque la contribución de la radiación, que varía con la cuarta potencia de la temperatura, empieza a hacerse notar.

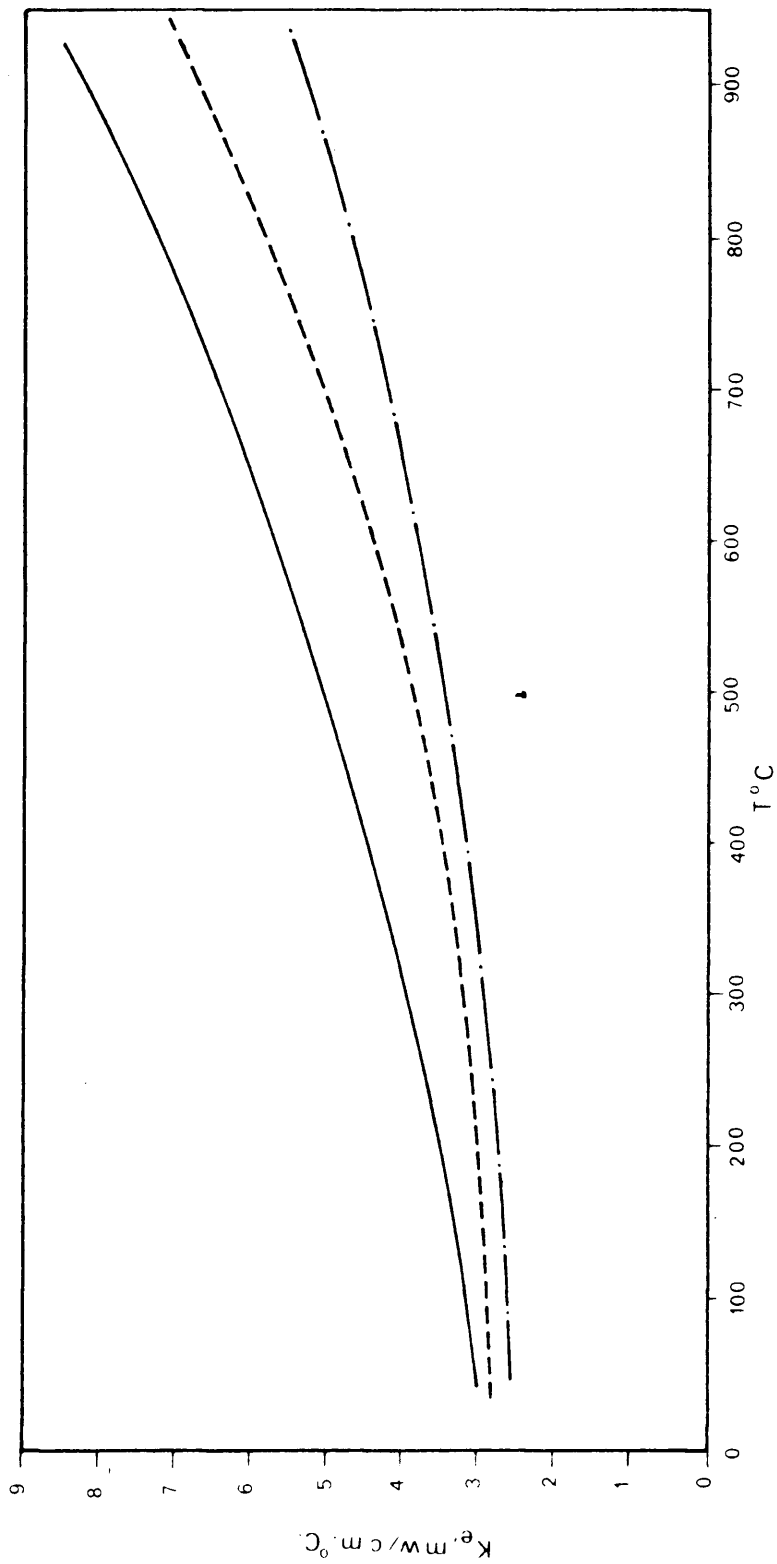
En la figura IV.1 se han reunido las gráficas obtenidas para las tres muestras ensayadas. Se observa en ella que la conductividad aumenta en valor absoluto a medida que aumenta la densidad de la muestra ó, lo que es lo mismo, disminuye el tamaño de las partículas sólidas, por lo que se deduce que, para una misma temperatura, el mecanismo de transmisión de calor por conducción es el dominante en todo el intervalo de temperaturas ensayado.

4.2.2.- Electrocoque.

Los resultados de las experiencias con electrocoque (fig. III.4 á III.6) muestran que su conductividad térmica aumenta con la temperatura. Sin embargo, la variación de la misma es lineal en todo el intervalo estudiado a diferencia de la arena de Ottawa que se hacía exponencial a temperaturas elevadas.

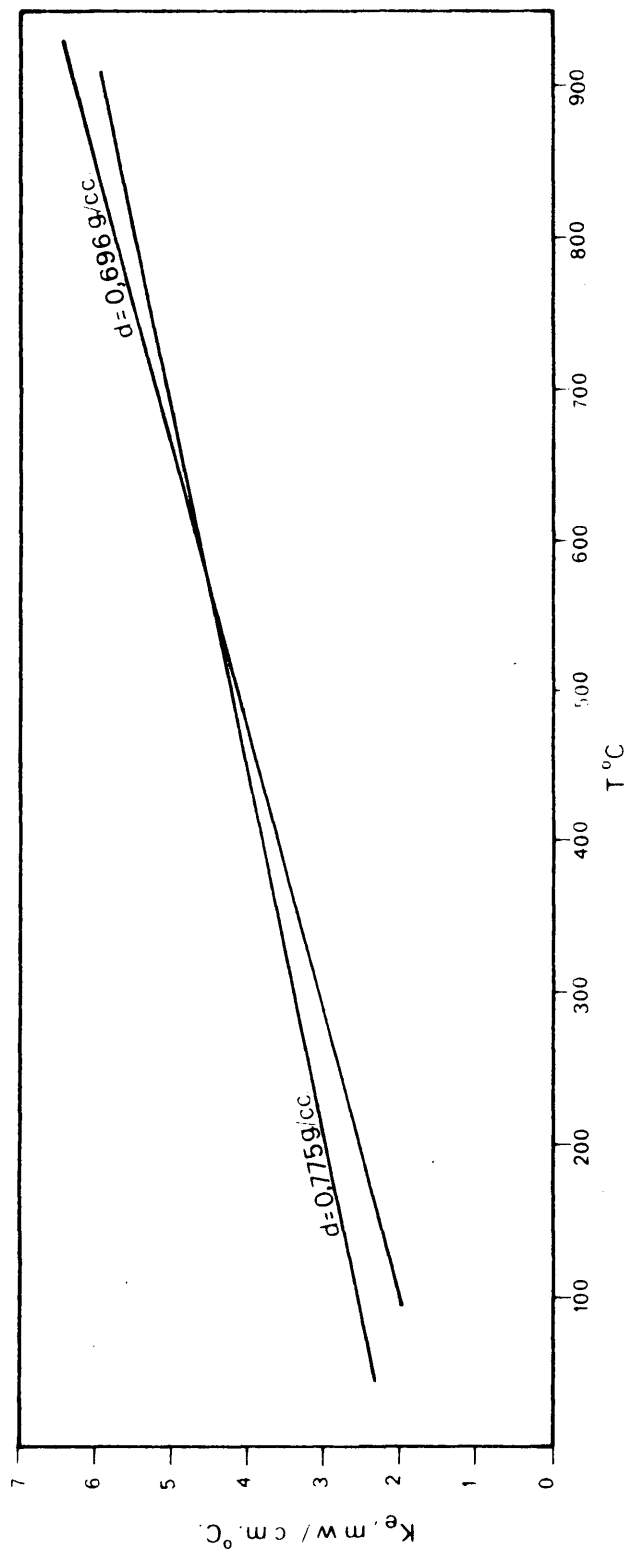
En la figura IV.2 se representa la influencia de la densidad en la conductividad térmica de dos electrocoques de la misma granulometría Tyler 12-22. Se observa que a temperaturas bajas (hasta 500 °C aproximadamente) el

— d=1,531 gr/cc. Tyler=16-20
 - - - d 1,450 " " =35-100
 . . . d 1,352 " " =60-200



Comparacion de los resultados obtenidos en la arena de Ottawa

Fig. IV 1



Influencia de la densidad en K_e Fig. IV 2

mecanismo dominante en la transmisión de calor es la conducción térmica, por lo que presenta una conductividad térmica mayor el electrocoque de mayor densidad. A temperaturas elevadas la radiación se acentúa presentando una conductividad mayor la muestra de mayor porosidad, al tener las partículas menor número de puntos de contacto.

En la figura IV.3 se representa la influencia del tamaño de las partículas en la conductividad térmica. El electrocoque de mayor grano presenta una densidad menor, teniendo por lo tanto una conductividad térmica más baja - que el electrocoque de grano más fino a temperaturas bajas. A temperaturas elevadas el orden se invierte debido a la influencia de la radiación. Esta variación del valor relativo de las conductividades con la temperatura, que no se ha presentado en la arena de Ottawa, probablemente es debida a la alta emisividad de las partículas de electrocoque.

4.2.3.- Mezcla calorífuga del horno Acheson.

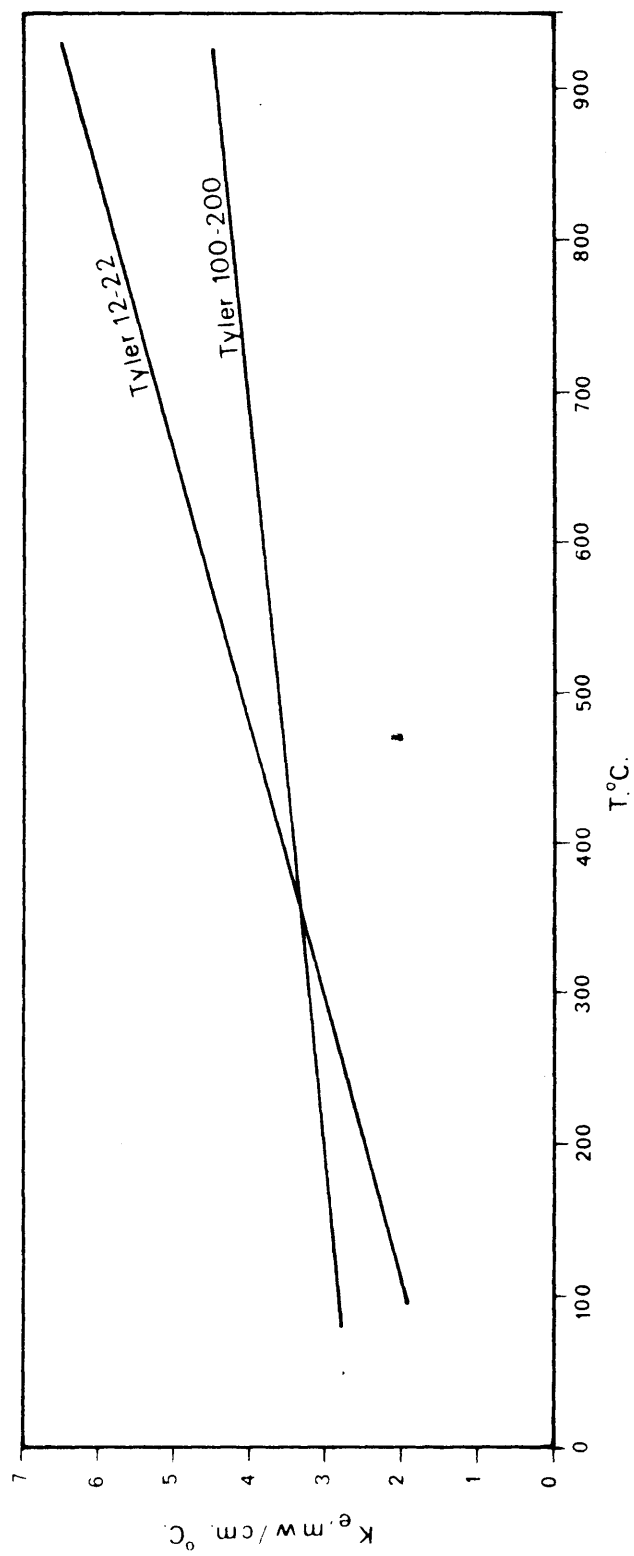
La conductividad térmica de la mezcla calorífuga del horno Acheson (Fig. III.7) aumenta con la temperatura de una forma prácticamente lineal en todo el intervalo ensayado. El valor absoluto es sensiblemente el mismo que el de la conductividad de sus componentes como era lógico esperar, ya que ambos tienen una conductividad muy parecida y la granulometría es la misma.

4.3.- Experiencias con materiales utilizados en la metalotermia con magnesita para la obtención de uranio.-

4.3.1.- Tetrafluoruro de uranio.

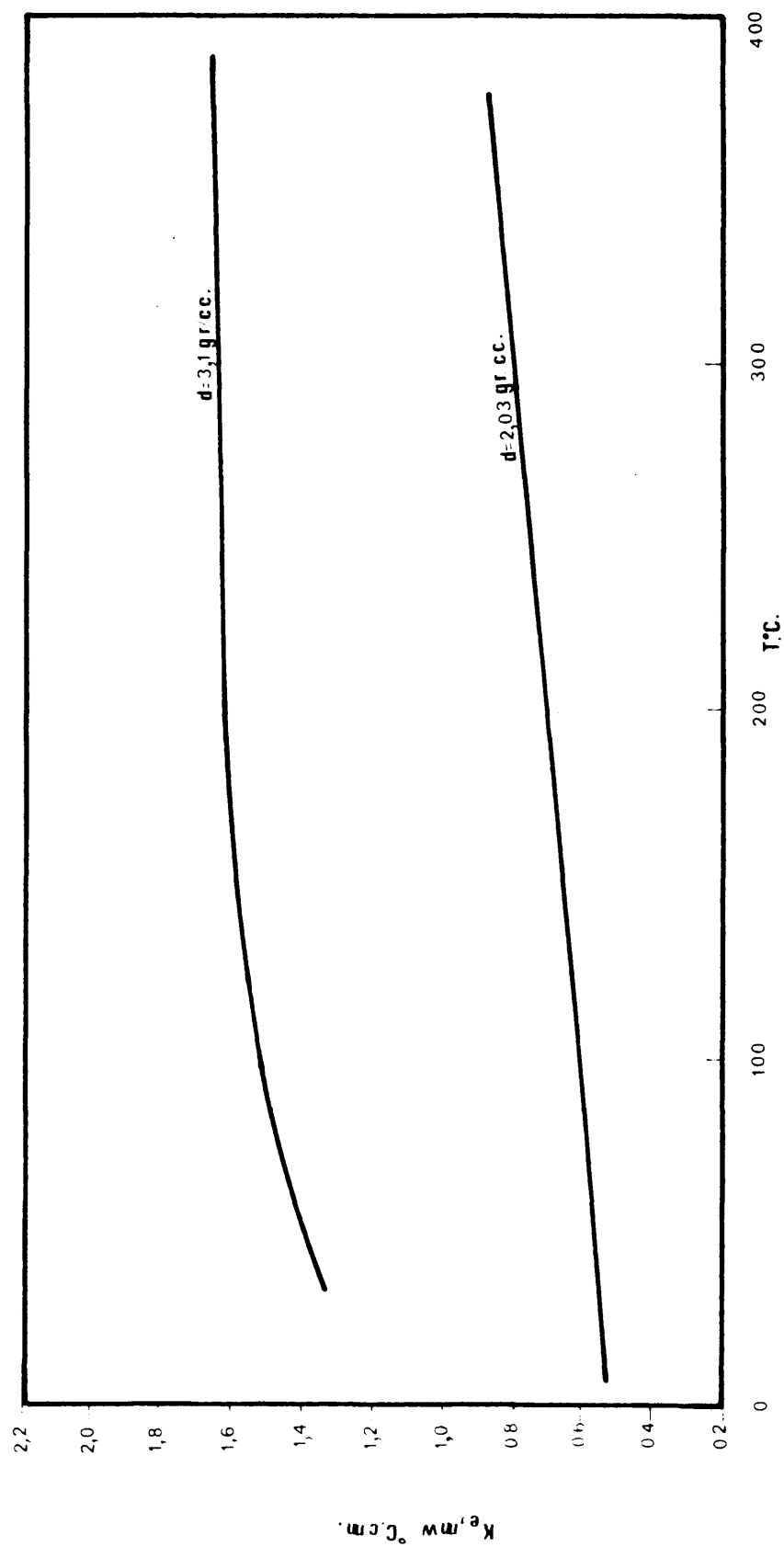
Examinando los resultados obtenidos con tetrafluoruro de uranio de procedencia diferente (Fig. III.8 á III.11) se observa que su conductividad térmica aumenta con la temperatura. La dependencia es lineal en todo el intervalo estudiado, siendo las pendientes de las distintas rectas análogas y muy poco acentuadas.

En las figuras IV.4 y IV.5 se comparan las conductividades de dos granos fino y grueso respectivamente de diferente densidad. Como puede apreciarse, la conductividad térmica aumenta notablemente con la densidad del material.



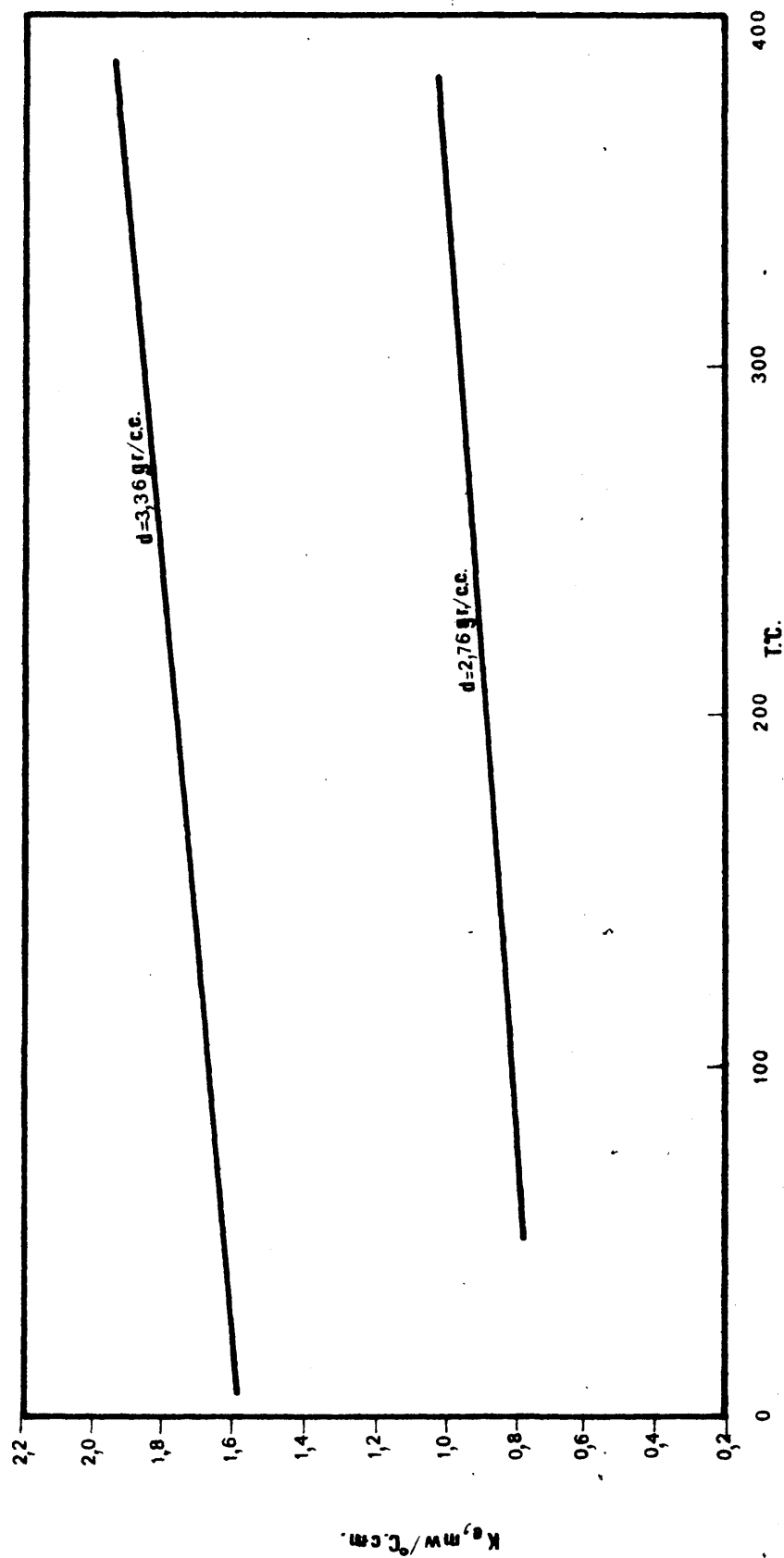
Influencia del tamaño de partícula en K_e

Fig. IV.3



INFLUENCIA DE LA DENSIDAD EN LA K_e DEL EU_4 grano fino

Fig. IV.4



INFLUENCIA DE LA DENSIDAD EN LA K_0 DEL F_4U [grano grueso]

Fig.IV.5

4.3.2.- Mezclas de tetrafluoruro de uranio y magnesio.

Los resultados de las mezclas de tetrafluoruro de uranio y magnesio (Fig. III.12 á III.14) indican que la conductividad térmica de la mezcla también aumenta con la temperatura. La dependencia es lineal en todo el intervalo estudiado y las pendientes son análogas a las del tetrafluoruro sólo.

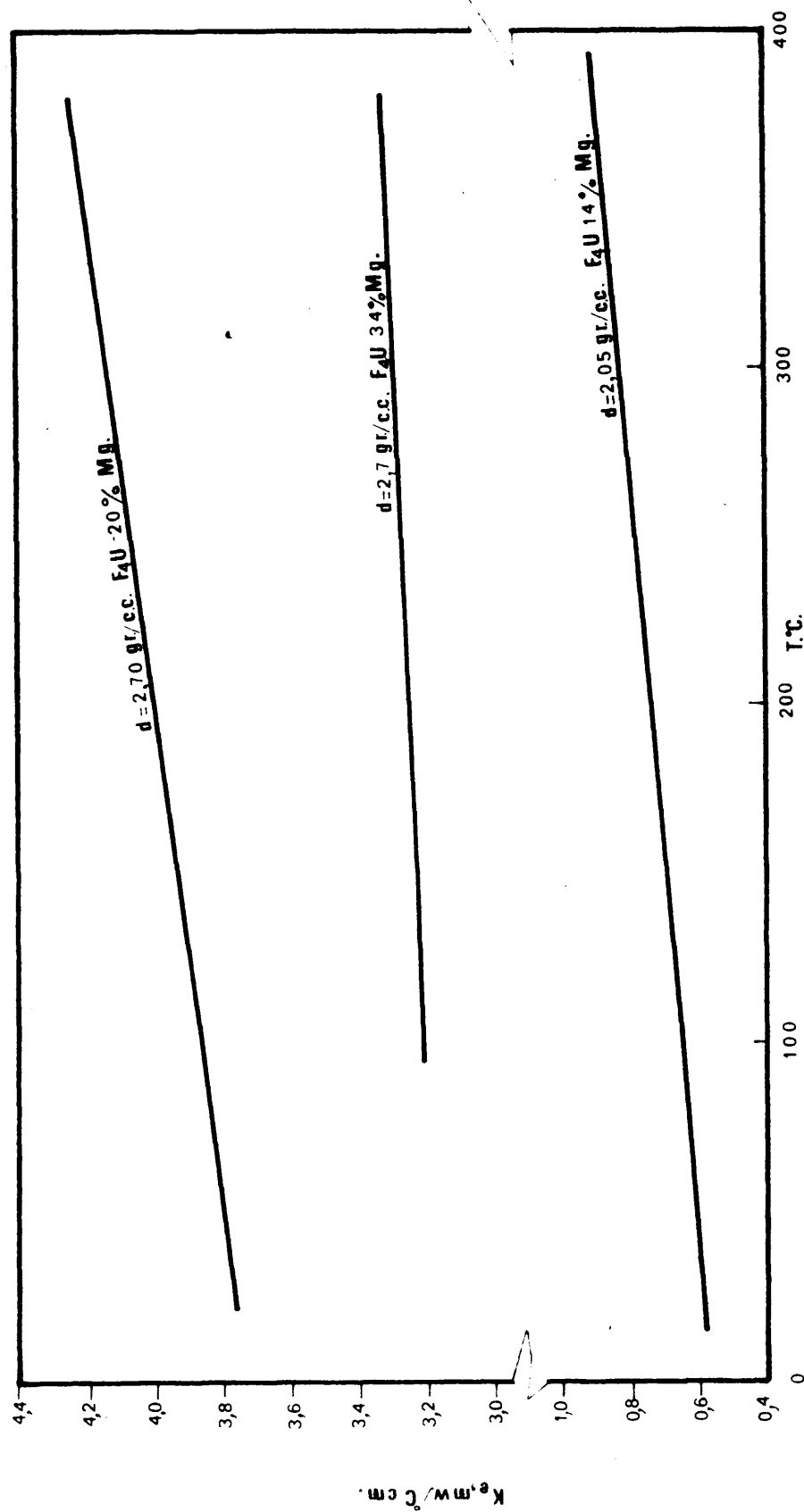
Sin embargo, el magnesio mejora sensiblemente el valor absoluto de la conductividad térmica del tetrafluoruro. Añadiendo un 14 % de magnesio al tetrafluoruro, se aumenta el valor del coeficiente de conductividad medio en un factor 4 tal como se deduce comparando los valores del UF₄ de densidad 2,7 gr/cc. con los correspondientes del UF₄-14 Mg de la misma densidad (Figura IV-6). De la misma forma comparando los valores de dos mezclas UF₄-Mg de la misma densidad pero de distinto contenido en Mg presenta una conductividad térmica sensiblemente mayor la que tiene mayor porcentaje de Mg (Fig. IV-6).

4.3.3.- Fluoruro de Magnesio.

La conductividad térmica del fluoruro de magnesio también aumenta con la temperatura con una relación lineal en todo el intervalo que se ha experimentado. La pendiente es análoga a la de las mezclas de tetrafluoruro de uranio y magnesio, si bien el valor absoluto es mucho más elevado como puede apreciarse en la Fig. III.15.

4.4.- Comparación de los resultados con las fórmulas bibliográficas.

Los resultados experimentales que se encuentran en la bibliografía para los sistemas granulares no coinciden en general con los deducidos con las ecuaciones teóricas, como ocurre en el caso de las cerámicas densas. Las expresiones teóricas usadas se basan en modelos de gran sencillez. La dificultad estriba en construir un modelo que represente de un modo razonable el sistema bifásico en consideración y en el cálculo de la conductividad térmica efectiva de tal modelo. La primera parte es difícil, particularmente en el caso de partículas irregulares de dimensiones variables. La segunda parte es imposible excepto para geometrías muy simples ó bien para geometrías más complicadas en las que se hacen simplificaciones e hipótesis que se alejan de la realidad.



INFLUENCIA DEL CONTENIDO EN Mg EN LA K_0 DEL UF_4

Fig. IV.6

En general, la transmisión de calor se estudia suponiendo un modelo en el cuál el sólido y el fluido se reemplazan por dos capas paralelas, de espesor proporcional al volumen de cada fase. El máximo valor del coeficiente de conductividad térmica se obtiene cuando el flujo de calor es paralelo a estas capas y el mínimo cuando el flujo es perpendicular.

A continuación se analizan diversas expresiones teóricas, citadas en el Capítulo I, como ejemplos de los varios métodos existentes en la bibliografía para predecir los valores del coeficiente de conductividad térmica en mezclas.

Se ha tomado como curva experimental una de sílice y otra de coque. Igualmente, al ser un aislante típico de uso muy corriente se ha incluido en el estudio los puntos obtenidos para la alúmina. El cálculo de las curvas a partir de los valores experimentales se deduce en 4.4.1. No se incluye, sin embargo, el estudio teórico para el UF₄, al no disponerse de la conductividad térmica a porosidad cero de este material.

Como expresión rigurosa para el cálculo de la conductividad térmica efectuada se analizaba la calculada por Lord Rayleigh (4 del Cap. I) para una distribución cúbica de esferas uniformes, obteniendo la expresión:

$$\frac{k_e}{k_c} = \frac{(2+V)/(1-V) - 2Vd}{(2+V)/(1-V) + Vd} \quad (1)$$

en dónde

- k_e = conductividad térmica efectiva del medio.
- k_c = conductividad térmica de la fase continua.
- $v = k_d/k_c$.
- k_d = conductividad térmica de las partículas sólidas.
- V_d = fracción en volumen de las partículas sólidas.

Se analiza también la fórmula de Deissler y Eian (10 del Cap.I), los cuales desarrollan un modelo de partículas esféricas en donde las líneas de calor son paralelas, lo que equivale a suponer que la conductividad del medio es despreciable en una dirección perpendicular al flujo de calor. Supone un modelo denso en el que $V_d = \pi/6$, aunque puede generalizarse para valores menores de V_d . Se llega a la expresión, dispuesta para el cálculo, de

$$\frac{k_e}{K_c} \equiv \frac{\pi \left\{ (1/v - 1)R - \ln[1 + (1/v - 1)R] \right\}}{(1/v - 1)^2} + 1 - \frac{\pi \cdot R^2}{4} \quad (2)$$

en donde $R = (6 V_d / \pi)^{1/3}$ es el radio de las partículas.

Woodside (16 del Cap. I), por el contrario, supone el mismo modelo de esferas con una conductividad lateral infinita, siendo las isotermas planos perpendiculares a la dirección del flujo de calor. Obtiene la siguiente expresión:

$$\frac{k_e}{K_c} = 1 - R \left[1 \left(\frac{a^2 - 1}{2a} \right) \ln \left(\frac{a + 1}{a - 1} \right) \right] \quad (3)$$

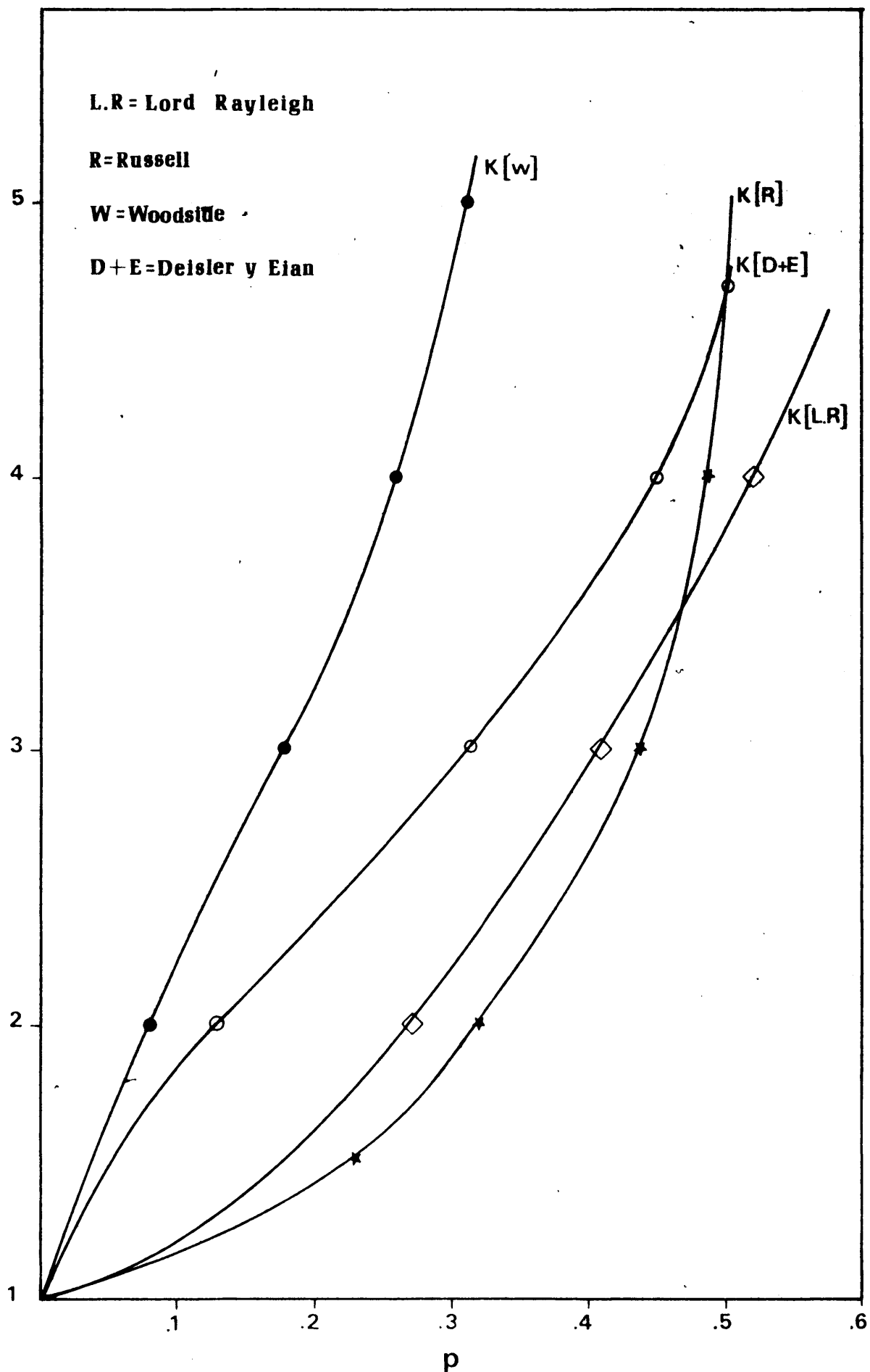
en donde

$$a = \left[1 + \frac{4}{\pi \cdot (v - 1) R^2} \right]^{1/2}$$

Igualmente se analiza el modelo propuesto por Russell (13 del Cap. I), el cual calcula la conductividad de partículas cúbicas en una disposición cúbica, suponiendo de nuevo que las isotermas son planos perpendiculares a la dirección del flujo de calor. Para este modelo se obtiene la siguiente expresión:

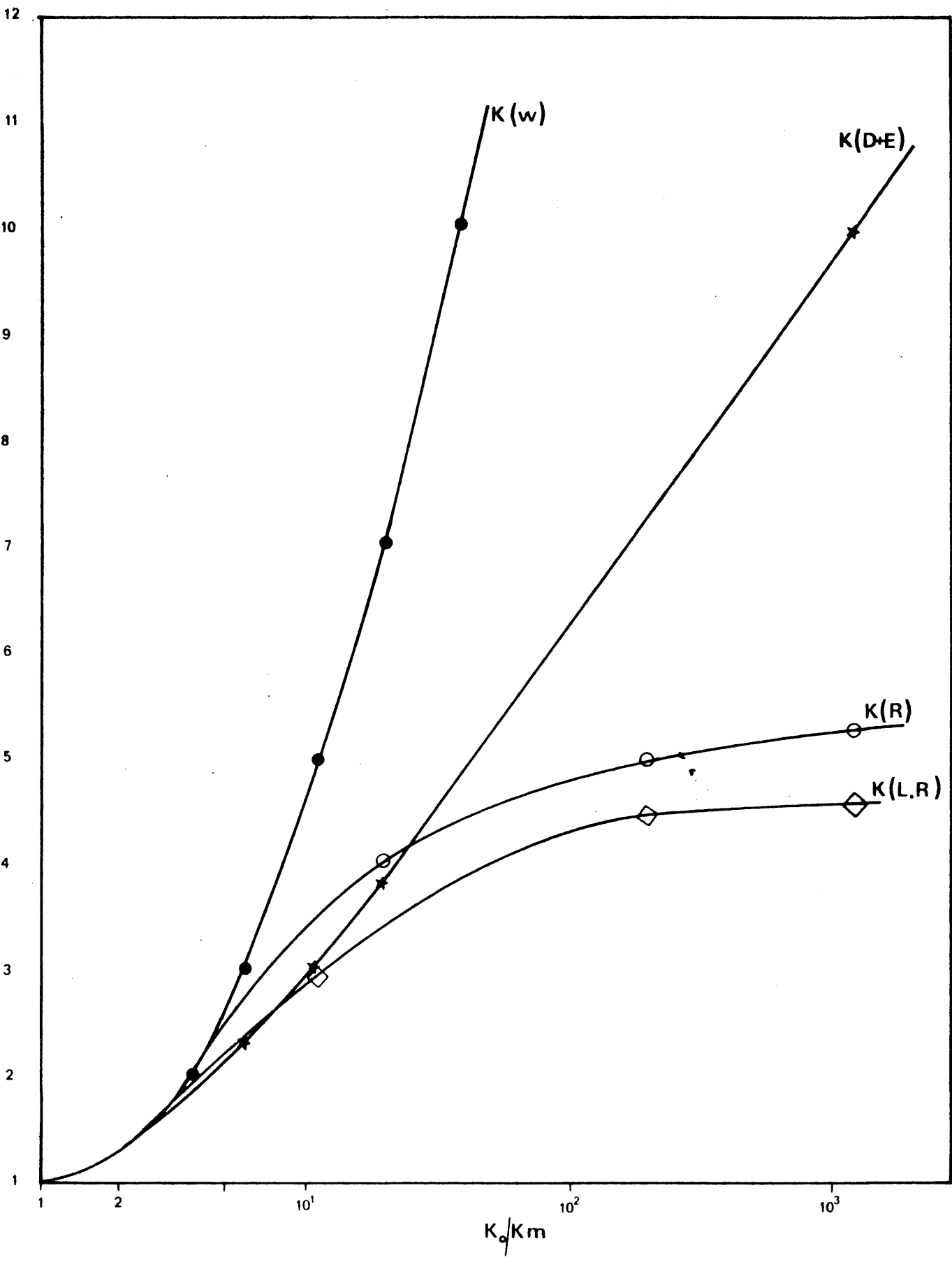
$$\frac{k_e}{K_c} = \frac{V(V_d)^{2/3} + 1 - (V_d)^{2/3}}{V[V_d^{2/3} - V_d] + 1 - V_d^{2/3} + V_d} \quad (4)$$

Aunque la fórmula (1) supone un cálculo matemático exacto, el modelo es tan rígido y artificial suponiendo las esferas situadas solamente en el centro de su celda cúbica unidad, que se aparta en mucho de los sistemas granulares encontrados en la práctica. Los modelos que suponen isotermas planas, aunque su obtención matemática no es rigurosa, permiten una colocación irregular de las partículas sólidas en sus celdas cúbicas elementales, siendo por tanto más reales.



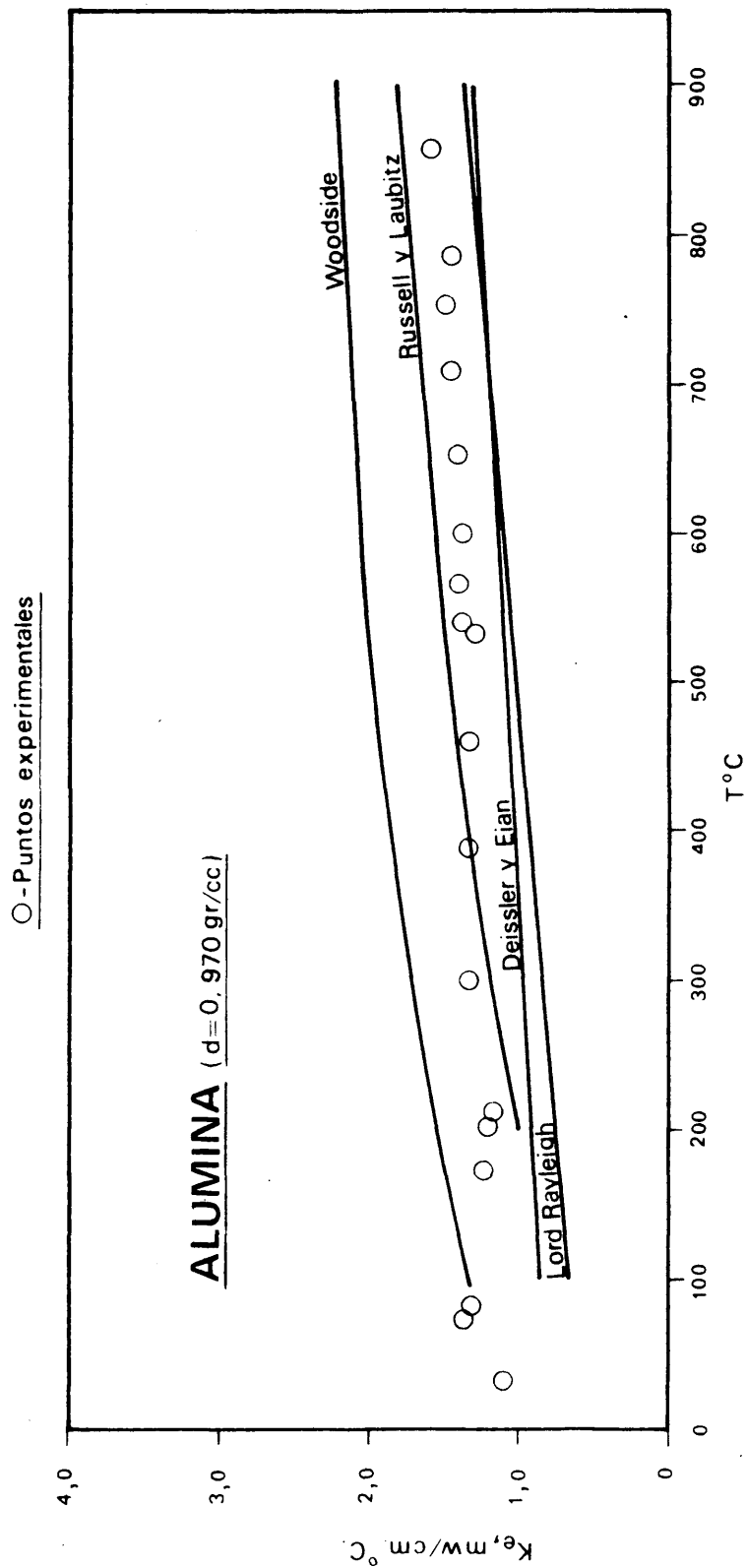
Comparación de las fórmulas teóricas

Fig.IV.7

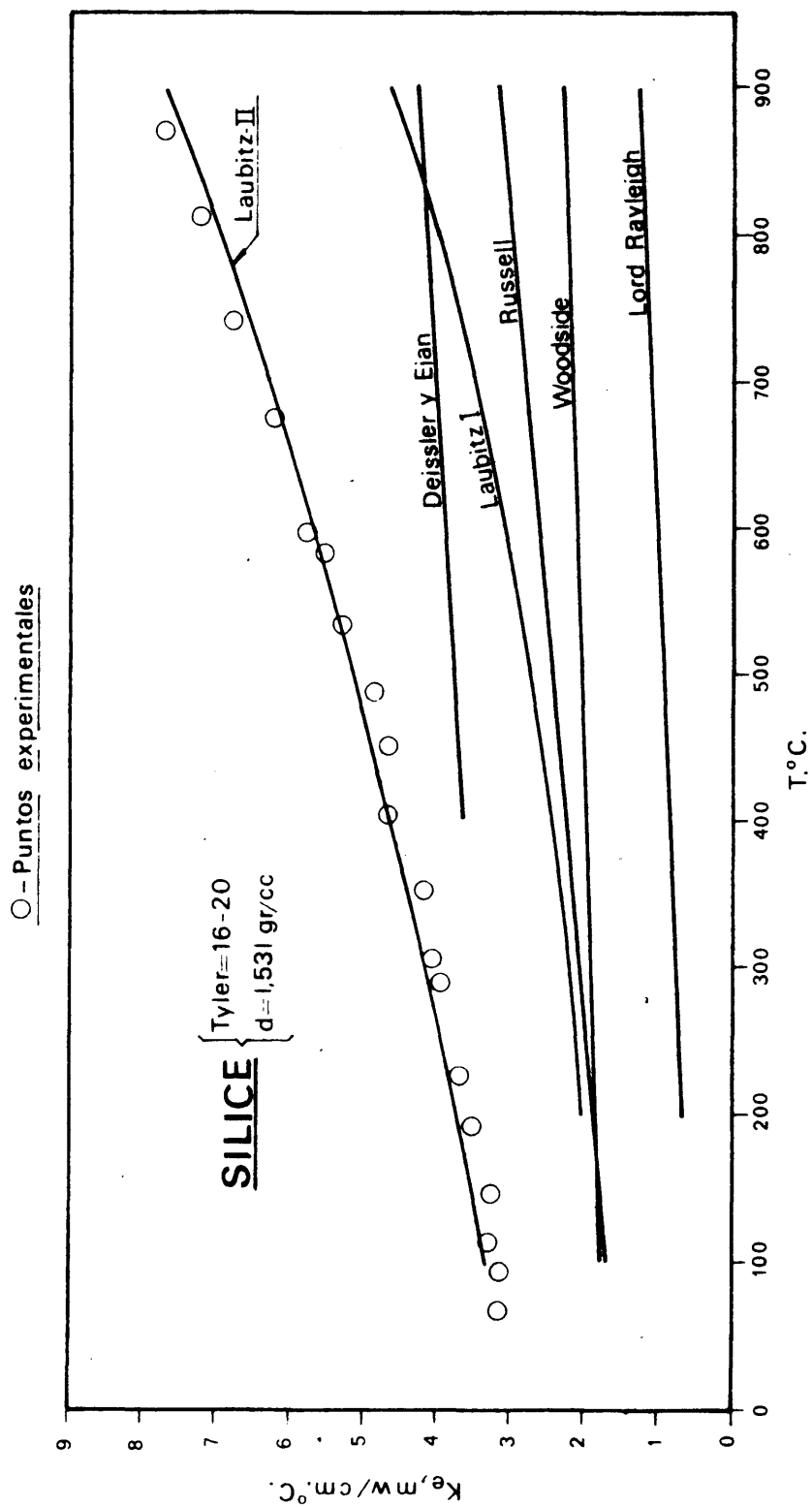


Comparación de las fórmulas teóricas

Fig.IV.8

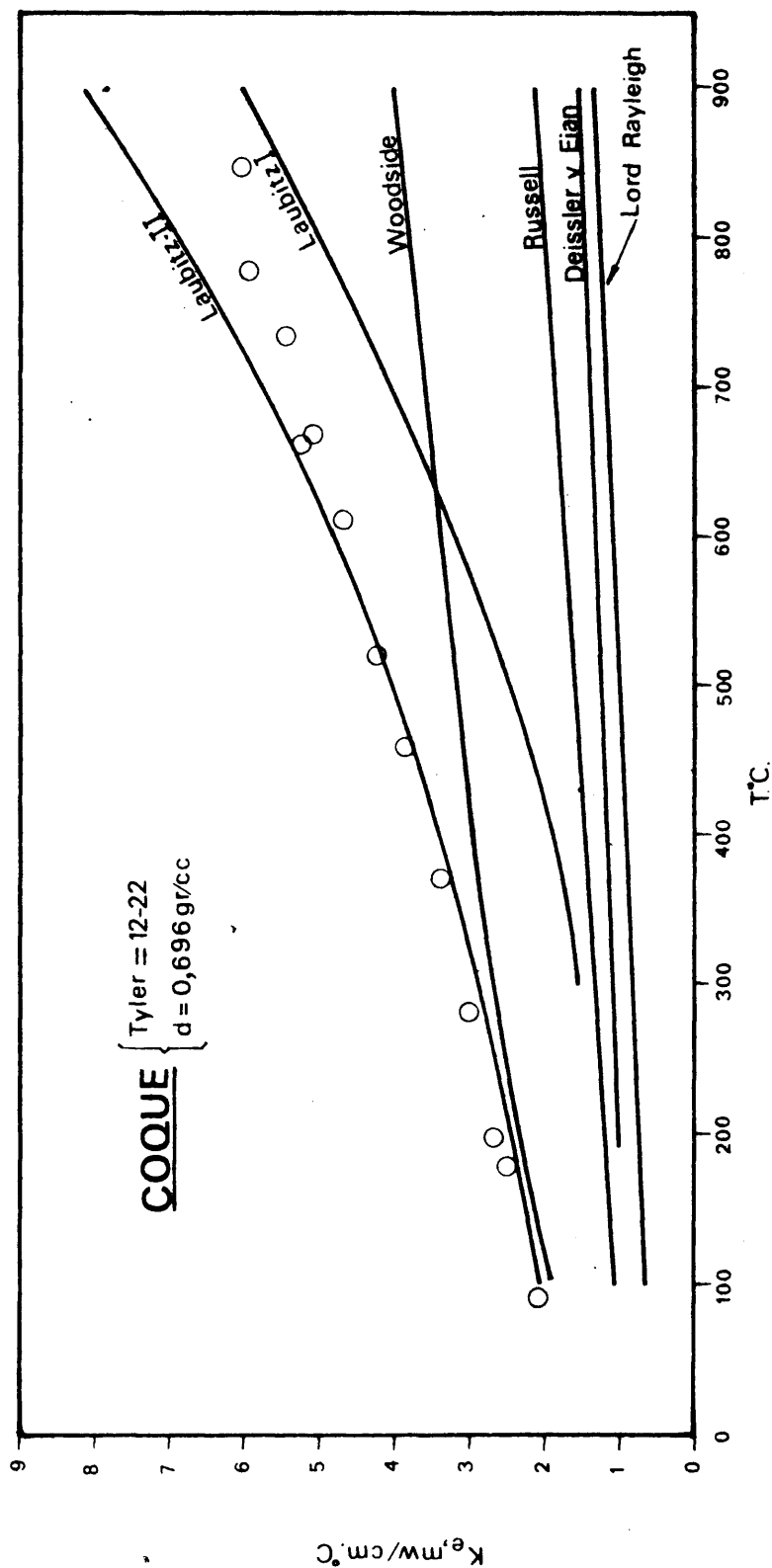


Comparación de los valores obtenidos de las fórmulas bibliográficas. Fig. IV.9



Comparación de los resultados obtenidos con las fórmulas bibliográficas. Fig.IV.10

O - PUNTOS EXPERIMENTALES



Comparación de los resultados obtenidos con las fórmulas bibliográficas. Fig. IV.11

En las figs. IV-7 y IV-8 se comparan las fórmulas 1, 2, 3 y 4 para diversos valores de V_d y k_d/k_c . Se ve que las fórmulas de Lord Rayleigh y Russell no difieren mucho una de otra, mientras que las de Woodside y Deissler y Eian se desvían considerablemente, en particular para valores altos de V_d y k_d/k_c . Esta desviación se debe a la no rigurosidad en el tratamiento matemático de los modelos teóricos.

Para determinar cuál de estos modelos representa mejor la conductividad de los polvos ensayados, se han representado en las figs. IV.9, IV.10 y IV.11 los valores obtenidos para las muestras anteriormente descritas, junto con las deducidas teóricamente con los modelos.

En general, los valores de los modelos de Russell, Lord Rayleigh y Deissler y Eian coinciden de una manera aproximada para la alúmina, tanto en valor absoluto como en su variación con la temperatura, siendo los valores de Woodside ligeramente altos. Sin embargo, las conductividades teóricas calculadas para la sílice y para el coque no se corresponden con los puntos obtenidos, ni en valor absoluto ni en su variación con la temperatura. Todos los puntos experimentales aumentan más rápidamente con la temperatura que cualquiera de los modelos propuestos.

Para interpretar esta anomalía Laubitz (14 del Cap. I) desarrolla un nuevo modelo, dándole especial importancia a la contribución de la radiación a la transmisión de calor global. Siguiendo el modelo propuesto por Russell, obtiene como fórmula final

$$K_I = K(R) + 4 \cdot f \cdot T^3 \cdot S \frac{a}{V_d} \cdot (1 - V_d^{2/3} + V_d^{4/3}) \quad (5)$$

en donde $k(R)$ = conductividad calculada por Russell.
 s = emisividad de los materiales.
 a = dimensión lineal de las partículas.
 V_d = Fracción en volumen de las partículas.
 f = constante de Stefan-Boltzmann.

La conductividad así calculada y representada en las gráficas como "Laubitz I" da una buena aproximación en cuanto a la variación de los puntos con la temperatura, pero no en cuanto al valor absoluto de la conductividad. Se obtiene en cambio una coincidencia muy buena usando la fórmula

$$K_{II} = 2 K(R) + 4 f \cdot T^3 S \frac{a}{V_d} \cdot (1 - V_d^{2/3} + V_d^{4/3}) \quad (6)$$

valores éstos representados en las figuras con el nombre de "Laubitz II".

La razón por la que $k(R)$ debe doblarse puede explicarse de un modo cualitativo, de acuerdo con Laubitz, como sigue: En los sistemas granulares reales hay regiones de alta densidad, densamente "empaquetadas", en las que las partículas están en íntimo contacto y espacios varios. Las regiones de alta densidad contribuyen al flujo de calor por conducción, mientras que las bolsas de aire lo hacen por radiación.

Tal como demuestra Laubitz, los espacios vacíos tienen una dimensión aproximada de a/V_{d0} , en donde a es la dimensión lineal de las partículas y V_{d0} la fracción en volumen medio. Ocurre entonces que el valor de V_d para regiones de alta densidad no es V_{d0} , sino $V_{d0}^{1/3}$ y la conductividad equivalente del polvo se convierte en

$$k(R, V_{d0}^{1/3}) \cdot V_{d0}^{2/3}$$

en donde $k(R, V_{d0}^{1/3})$ es la conductividad de Russell calculada para $V_d = V_{d0}^{1/3}$.

Para los sistemas granulares mencionados

$$K(R, V_d^{1/3}) \cdot V_d^{2/3} \approx 2 K(R, V_d)$$

que justifica el factor "2" usado en la ecuación (6).

Así pues, como resumen de lo anterior se tiene que:

- Las fórmulas teóricas propuestas coinciden de un modo aproximado con los valores experimentales para la alúmina. Se encuentran los mejores valores con las fórmulas de Russell y Laubitz.

- Para sistemas granulares del tipo de la sílice y del coque las fórmulas 1, 2, 3 y 4 no concuerdan ni en valor absoluto ni en variación con la temperatura, al no tener en cuenta la radiación.

- La fórmula de Laubitz II, fija con una aproximación muy buena los valores experimentales de la sílice y del coque.

4.4.1.- Cálculo de las curvas teóricas para los valores experimentales.

Datos necesarios:

- Conductividad térmica del aire (7) Fig. IV.12.
- Conductividad térmica del grafito a porosidad cero, (5), Fig. IV.13.
- Conductividad térmica de la alúmina a porosidad cero, (5), Fig. IV.14.
- Conductividad térmica de la sílice a porosidad cero, (8), Fig. IV.15.

Igualmente se hace uso de los valores de la siguiente tabla:

Tabla IV.1.- Propiedades de los materiales estudiados (6,4).

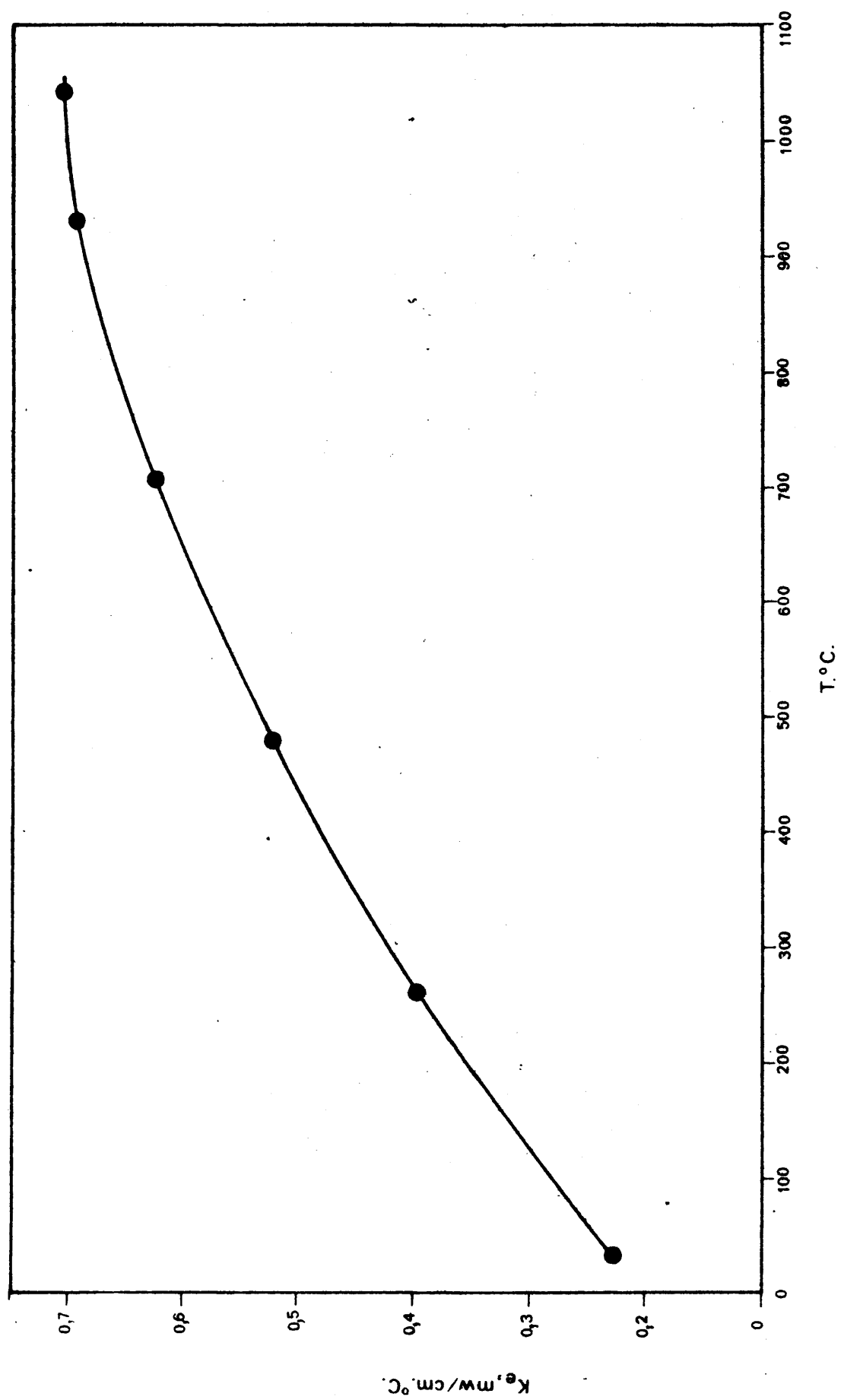
	<u>Diámetro, cm.</u>	<u>Densidad, gr/cc.</u>	<u>V_d</u>	<u>s</u>
Alúmina	45.10 ⁻⁴	0.970	0.244	0.30
Sílice	0.0912	1.531	0.578	0.60
Coque	0.1209	0.696	0.309	0.80

La fracción en volúmen, V_d, se calcula según:

$$V_d = \frac{M_s}{D_{sd} \cdot V_c} = \frac{D_a}{D_{sd}}$$

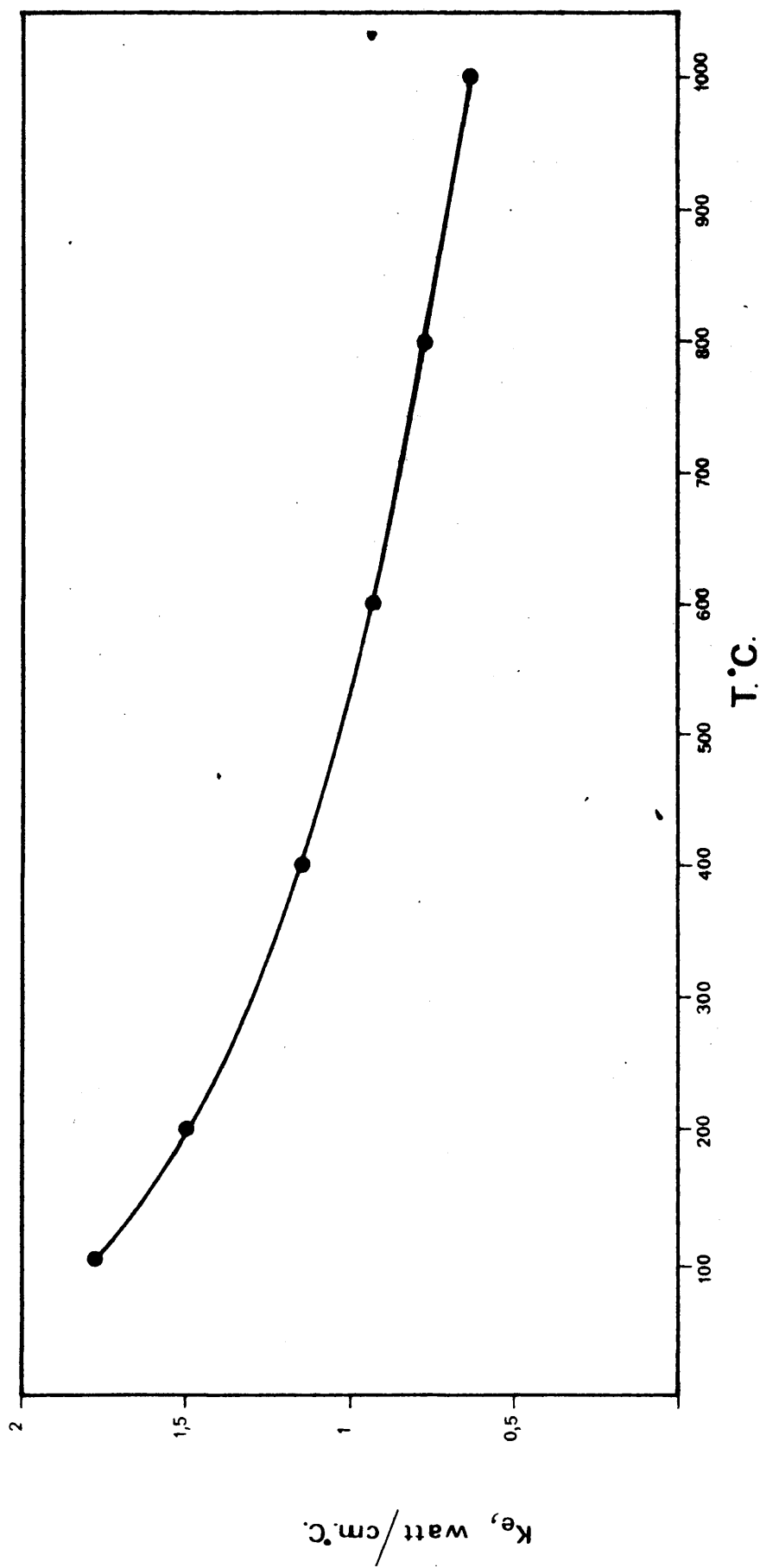
en dónde M_s = masa del sólido
 D_{sd} = densidad del sólido libre de poros, denso.
 V_c = volúmen del cilindro.
 D_a = densidad aparente de la muestra.

Se da a continuación el valor de la relación k_d/k_c en función de la temperatura:

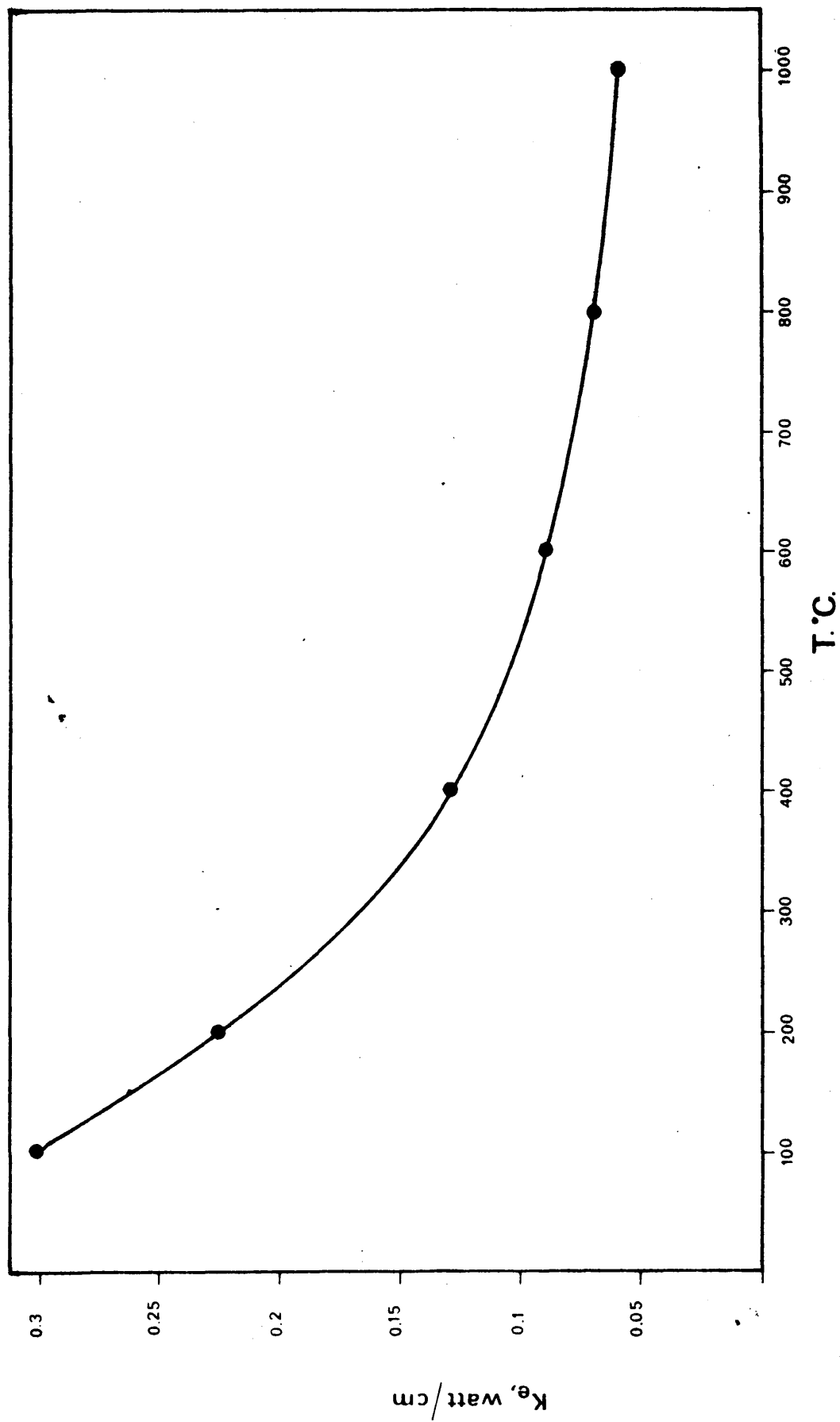


CONDUCTIVIDAD TERMICA DEL AIRE

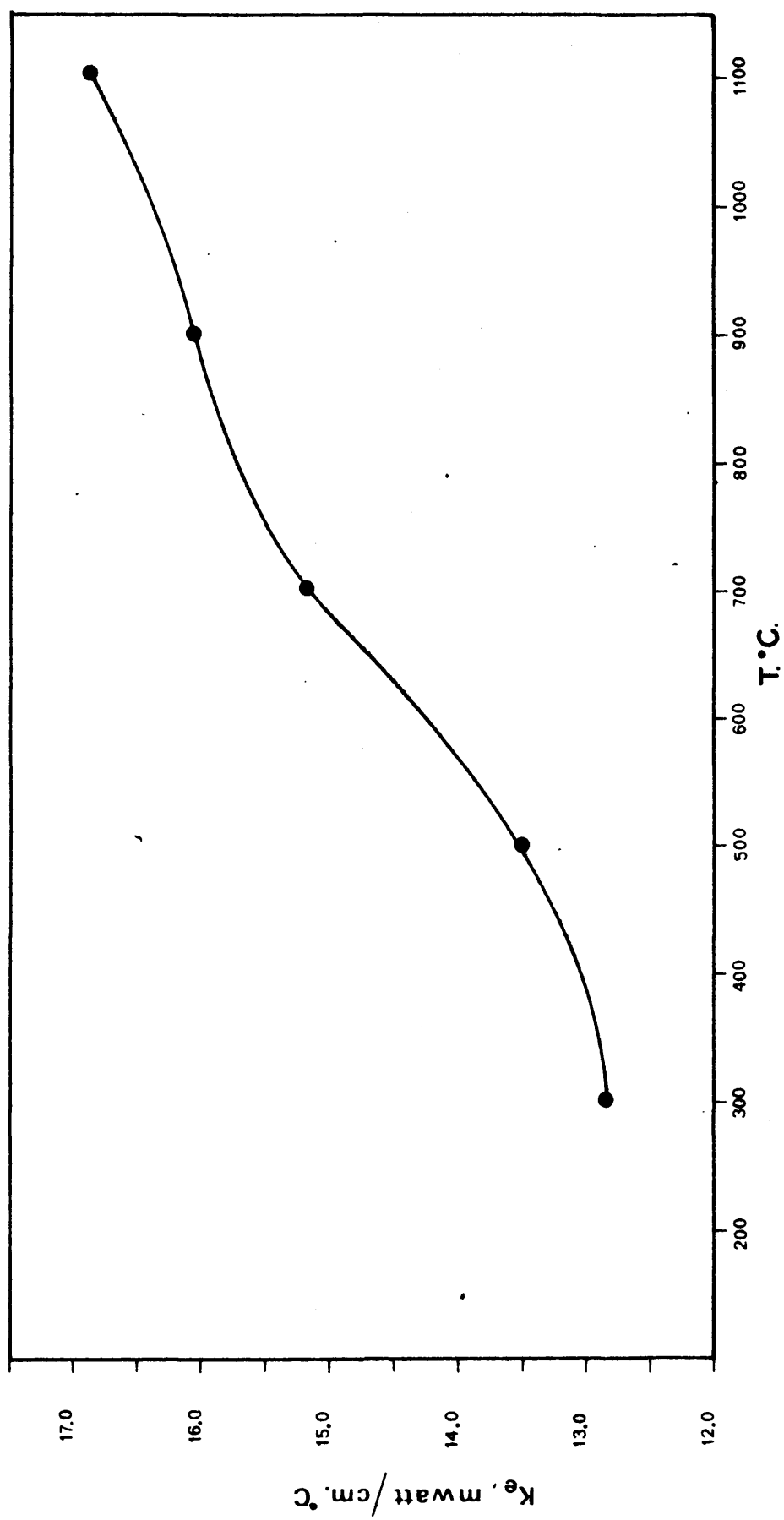
Fig.IV.12



Conductividad Térmica del grafito a porosidad cero Fig.IV.13



Conductividad Térmica del Al_2O_3 a porosidad cero. Fig. IV.14



Conductividad Térmica de la sílice a porosidad cero. Fig.IV.15

TABLA IV.2.- Valores de k_d/k_c en función de la temperatura.

<u>°C, T</u>	<u>v, alúmina. 10^3</u>	<u>v, sílice</u>	<u>v, coque. 10^3</u>
100	0.9174	38.53	5.443
200	0.5829	32.90	3.886
300	0.3716	28.83	2.927
400	0.2615	26.36	2.313
500	0.1844	25.00	1.925
600	0.1543	24.44	1.612
700	0.1275	24.24	1.355
800	0.1055	23.76	1.176
900	0.0939	23.27	1.011

En función de estos valores se calculan las curvas que figuran en las figuras IV.9, IV.10 y IV.11, con auxilio de las fórmulas enumeradas anteriormente.

4.5.- Bibliografía.

1. Kelloqg, O.D. Fundations of Potencial Theory, p. 223, Dover Publications, Inc., New York, N.Y. (1953).
2. Sternberg, W.J. y Smith, F.J. The Theory of Potencial and Spherical Harmonics, p. 74-76. The University of Toronto Press, Toronto, Canadá, 1946.
3. Peavy, B.A. "Steady state heat conduction in cylinders with multiple continuous line heat sources. J. Research NBS 67 C (Eng. and Instr.) No. 2, 119-127 (Abril-Junio 1963).
4. Campell, I.E., 1956 "High temperature technology (John Wiley and sons), p. 55.
5. Franci, J. y Kingery, W.D. 1954. J.Am.Ceram.Soc. 37 99.
6. Handbook of Chemistry and Physics.
7. Missenard, A. "Conductivité Thermique des solides, liquides, gaz et de leurs mélanges". Ed. Eyrolles, 1965.
8. Russell, H.W. 1935. J.Am.Ceram.Soc. 18,1.

C A P I T U L O V

APLICACION DE LOS DATOS OBTENIDOS DE CONDUCTIVIDAD
TERMICA AL ESTUDIO DE PROBLEMAS INDUSTRIALES DE TRANSFERENCIA
DE CALOR

I N D I C E

- 5.1.- Estudio térmico de horno Acheson
 - 5.1.1.- Fabricación de grafito nuclear
 - 5.1.1.1.- Horno tipo Acheson
 - 5.1.1.2.- Montaje del horno
 - 5.1.2.- Estudio del estado térmico del horno Acheson
 - 5.1.2.1.- Procedimiento de cálculo
 - 5.1.2.2.- Balance de calor en un punto nodal
 - 5.1.2.3.- Capa sin resistencia límite
 - 5.1.2.4.- Capa de convección
 - 5.1.2.5.- Capa de generación de calor
 - 5.1.3.- Conclusiones
- 5.2.- Estudio teórico de la transferencia de calor en un reactor para magnesiotermia
 - 5.2.1.- Termodinámica del proceso
 - 5.2.2.- Distribución de temperaturas
 - 5.2.3.- Temperatura media del reactor
- 5.3.- Bibliografía

5.1.- Estudio térmico del horno Acheson.

Como una aplicación del cálculo de los coeficientes de conductividad térmica para mezclas calorífugas empleadas como aislantes en los hornos de grafitización, se estudia en el presente apartado el estado térmico de dichos aislantes mediante un método simple y razonado, con valores medios que corresponden a un modelo tipo de horno.

5.1.1.- Fabricación de grafito nuclear.

El grafito nuclear se fabrica a partir de mezclas de coque de petróleo molido con brea caliente. Se forma una pasta que puede ser extruída en bloques de sección circular. Estos bloques se cuecen para lograr un carbón duro, se impregnan con brea para alcanzar mejor densidad y finalmente se convierten en grafito en un horno de grafitización. En la figura V.1 se da un diagrama de flujo del proceso.

La materia prima debe ser un coque de petróleo de alta pureza, procedente de una refinería de petróleo y calcinado a alta temperatura. Debe preservarse cuidadosamente de la humedad y de impurezas.

El proceso empieza con la molienda del coque en partículas de diferentes tamaños, para obtener la granulometría adecuada. Las partículas, junto con brea de alquitrán convenientemente molidas, se almacenan en unas tolvas independientes, de las que neumáticamente se van separando diferentes fracciones y llevadas a unos canales mezcladores con camisas de vapor. Esta mezcla caliente, formando ya una pasta, se enfría con aire, se introduce en una prensa de extrusión y se extrae en forma de redondos, que se llevan a unas piscinas, donde se enfrían.

La cocción se lleva a cabo en hornos calentados directamente empleando aceites pesados que se queman en la cámara de combustión. Los gases calientes se recirculan por las células, obteniéndose una temperatura de hasta 1000 °C.

Una vez impregnados con brea en caliente, los bloques se llevan al horno de grafitización. El proceso de purificación, única variable entre el grafito comercial y el nuclear, puede comprender:

- La utilización de materias primas extremada -

COQUE DE PETROLEO

Calcinado a 1300°C .

COQUE CALCINADO

Molienda y tamizado

Aceite

FMa

Particulas

brea

Mezcla

Enfriamiento

Extrusión

Cocción a 800°C .

Impregnación con brea

Grafitización a 3000°C .

GRAFITO NUCLEAR

Fig.V.1

nente puras, ó bien la purificación de los materiales disponibles.

- La purificación térmica de un grafito ya formado. Las impurezas se difunden y pierden a través del grafito.

- La purificación química, por medio de sales de halógenos, que al volatilizarse dentro del grafito ya formado, arrastran las impurezas metálicas presentes en forma de sales volátiles.

Por su importancia, en relación con los cálculos que se plantean posteriormente, a continuación se da una breve descripción de un horno tipo Acheson.

5.1.1.1.- Horno tipo Acheson.

Un horno eléctrico capaz de producir temperaturas de hasta 3.000 °C se desarrolló por primera vez por E.G. Acheson en 1935. La estructura básica del mismo consiste en un lecho de ladrillos refractarios en cuyos extremos van dos cabezas de cemento refractario que soportan los electrodos de grafito. Las barras cocidas se colocan espaciadas en el lecho, relleniéndose el espacio de coque granular. La misión del coque es proporcionar la resistencia adecuada para el calentamiento eléctrico, sobre todo en las últimas etapas de la grafitación, en las que las barras de carbón apenas tienen ya resistencia. El coque se comprime cuidadosamente para conseguir una resistencia homogénea, que dará origen a una calefacción regular. La potencia varía con el tamaño del horno, el material grafitizado y el cuidado con que el horno se ha empaquetado. Más adelante se indica como se puede estimar el espaciado entre las barras.

Dado el diseño del horno, la medida de la temperatura presenta dificultades para utilizarla como referencia de haberse alcanzado la grafitización. Hay que recurrir a datos de operación obtenidos en hornos anteriores con resultados satisfactorios. Un registro de las medidas de la corriente y voltaje y los kw-hr consumidos se guarda para control. Cuando el voltaje no disminuye y la lectura de los kw-hr es constante durante varias horas, la grafitación se considera completa. Esto es, la resistencia del horno ha alcanzado su valor más bajo y no hay indicios de nueva bajada. Como se ve, la operación es empírica y su control rudimentario. Ambos aspectos ponen de manifiesto la dificultad de un estudio riguroso del mismo.

El ciclo del horno es aproximadamente como sigue:

- Carga, de 1 a 2 días
- En potencia, de 3 a 6 días, según transformador y carga.
- Enfriamiento, de 20 a 30 días.
- Descarga, de 1 a 2 días, dando un ciclo mínimo de 25 días y máximo de 40 días.

El consumo de potencia oscila entre 6 y 10 kw-hora por Kg de carbón grafitado. En la figura V.2 se dan varias vistas de un horno tipo.

5.1.1.2.- Montaje del horno.

Como ya se ha indicado, las barras se colocan horizontalmente en un resistor de carbón granular grafitado que tiene una resistencia específica más baja que la mezcla calorífuga que sirve de aislante. Este coque va empaquetado entre y alrededor de las barras de carbón y eleva la resistencia eléctrica del conjunto, para que al paso de la corriente y gracias a este valor se produzcan las calorías necesarias para la grafitación. Las barras de grafito no tienen resistencia apreciable al paso del calor desarrollado por el paso de corriente.

La resistencia de la carga puede ajustarse espaciando convenientemente las barras para obtener la resistencia necesaria, teniendo en cuenta la potencia de entrada elegida. Como ejemplo tipo, sean unas barras de carbón de dimensiones 4 1/8" x 4 3/8" x 26" y de 13 Kgs de peso aproximadamente.

Las ecuaciones a utilizar son:

$$R = P \frac{L}{A} \quad (1)$$

$$W = I^2 \cdot R \quad (2)$$

siendo:

R = resistencia, ohms.
W = potencia, watios
I = intensidad, amperios

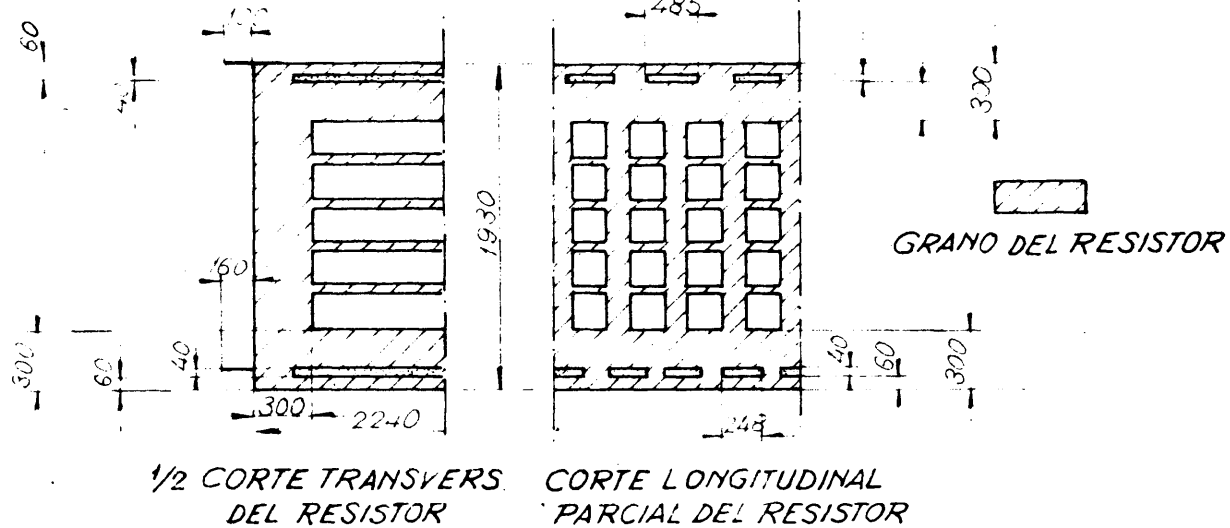


FIG.

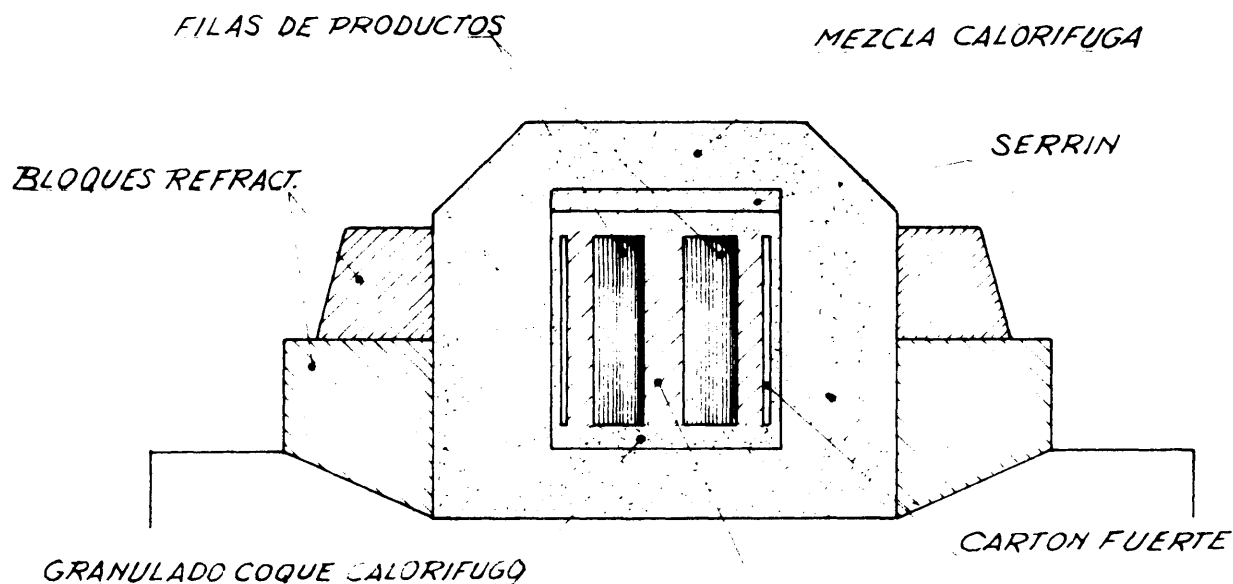


FIG.

GRANULADOS INTERCALARES

MEZCLA CALORIFUGA

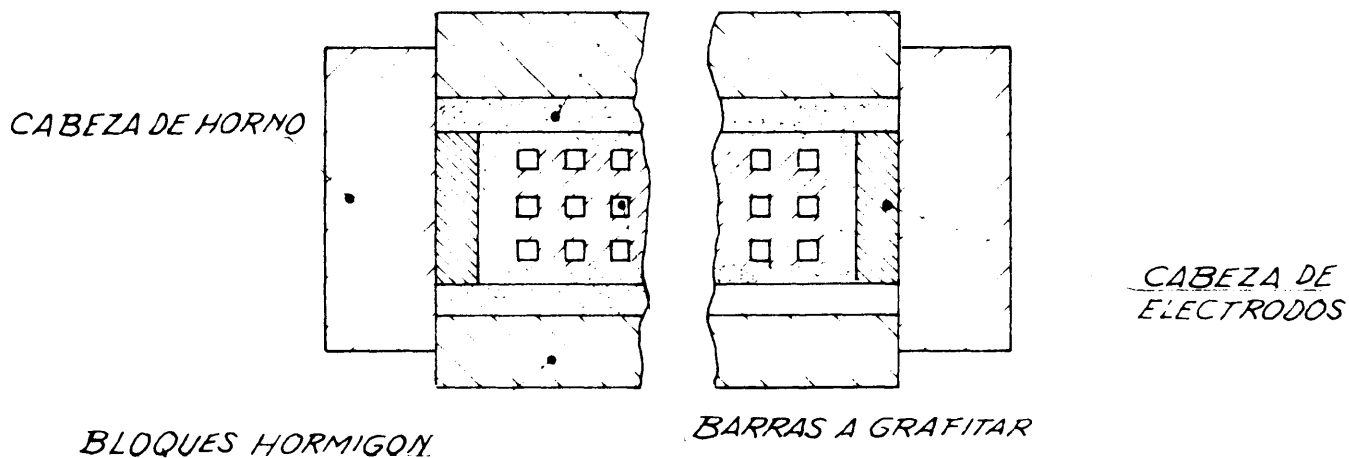


Fig.V.2

- P = resistencia específica empírica, ohms-pulgada.
 L = distancia total entre los electrodos, pulgadas.
 A = sección transversal de paso de corriente en in².

Calentado el grafito en estas condiciones es necesario emplear una densidad de corriente de 15 amp/cm² como mínimo. Los modernos hornos eléctricos de acero tienen una potencia muy elevada y emplean corrientes muy elevadas. Por esta razón, las pérdidas $I^2 R$ en los electrodos son de extrema importancia. Los electrodos amorfos pueden emplearse con una densidad de corriente del orden de 6 ó más amperios por cm² de sección, mientras que los electrodos de grafito permiten el uso de densidades de corriente de cerca de 45 amp/cm² con electrodos de 14" de diámetro y 15 - amp/cm² con 20" de diámetro (6).

Un cálculo típico para 30 barras a 2.400 °C sería el siguiente:

- Carga del horno: 30 barras
- Dimensiones: 4 1/8" x 4 3/8" x 26"

Suponiendo una potencia de entrada de 525 kw y siendo el área de $A = 4,125 \times 26 = 690 \text{ cm}^2$, se exige una intensidad de 10700 amp.

Sustituyendo en (2):

$$R = W/I^2 = 525.000/(10700)^2 = 0.0049 \text{ ohms.}$$

Para una L = 4,75 m se tiene que la resistividad vale:

$$P = R A/l = (0.0049) 107/4,75 = 0,0071 \text{ ohm-cm.}$$

Una vez obtenida la resistividad, las curvas debidas a G.T. Serron y representadas en el Report 3 de la United Carbon Products Co. (1947) dan el espaciado directamente. Igualmente estos cálculos pueden ayudar a estimar, dada una intensidad total suministrada en un proceso de grafitación, el porcentaje de la misma que se disipa a través de la capa aislante, conociendo la relación de áreas y las resistividades de las capas.

5.1.2.- Estudio del estado térmico del horno Acheson.

Para ello se han empleado valores medios y curvas de calefacción tipo suministradas por la bibliografía, al ser imposible un acceso directo a un horno real. Por otra parte tampoco se conocen valores de las temperaturas locales a lo largo del calentamiento, haciéndose ésto de una manera empírica y ayudado por la experiencia de anteriores calentamientos.

El método desarrollado permite comprobar el efecto de las siguientes variables:

- Tipo de calentamiento. En general se produce uno suave y lineal hasta 1.000°C , procediéndose a continuación a un calentamiento más enérgico y también lineal. El método opera con cualquier curva temperatura-tiempo.
- Tipo de aislante empleado. Se pueden variar la composición de los mismos, reflejándose este cambio en la conductividad térmica de la mezcla.
- Grosor del aislante.

Para el cálculo se consideran los siguientes casos:

- a) Se supone una capa sin resistencia límite ó de borde, con las mismas propiedades que la mezcla calorífuga tipo.
- b) Se supone la misma capa con convención al ambiente.
- c) Se supone una generación de calor por unidad de volumen y de tiempo, en el caso de que varíe con la temperatura local y en el caso de que sea constante.

5.1.2.1.- Procedimiento de cálculo.

A) Se subdivide el sistema dado en un número de subvolúmenes geométricos regulares.

B) Las propiedades térmicas de cada uno se consideran concentradas en los puntos nodales medios y el calor se supone conducido entre estos puntos a través de una red de imaginarias varillas conductoras de conductividad térmica adecuada.

C) Cada punto nodal experimenta un cambio en energía interna que depende de su temperatura, de la varia

ción de la misma en un intervalo de tiempo, de su capacidad térmica, del volumen total de material que se representa y del peso específico del mismo.

En la fig. V.3 se representa parte de un corte longitudinal en el que se puede apreciar 3 de los subvolúmenes en que se ha dividido la capa calorífuga. En ella q representa el calor por unidad de volumen y tiempo, y (1), (2) y (3) los puntos nodales considerados, que ocupan los subvolúmenes de áreas $A = l \times \epsilon$ y volúmenes $V = l \times \epsilon \times \epsilon = \epsilon^2$.

5.1.2.2.- Balance de calor en un punto nodal.

Considérese de nuevo la fig. V.3 anterior y supóngase que la capacidad térmica C y la conductividad térmica k del material son constantes. El calor q que conduce cada varilla es $-K dt$, siendo K la conductancia térmica. Eligiendo ϵ lo suficientemente pequeño, se puede expresar q como diferencias finitas $-K \Delta t$, en donde Δt es la diferencia de temperatura entre los puntos nodales considerados. El calor total conducido en un tiempo finito $\Delta \theta$ es

$$Q = q \cdot \Delta \theta = -K \Delta \theta \cdot \Delta t$$

Por otra parte, el cambio en energía interna de un punto nodal viene dado por $C w V dt$ ó en diferencias finitas $C w V \Delta t$, en donde w y V representan el peso específico y el volumen de la región considerada respectivamente.

En esta expresión se considera t' correspondiente a $\theta + \Delta \theta$, de modo que en realidad se supone $\Delta \theta$ lo suficientemente pequeño como para relacionar el cambio de energía interna con la temperatura del punto nodal al final del intervalo finito $\Delta \theta$. El balance de calor viene expresado por

$$-\Sigma K \cdot \Delta t \cdot \Delta \theta = C \cdot w \cdot V \cdot \Delta t'$$

ó bien de una manera específica para un punto tal como el 1 de la fig. V.3:

$$K_{21} (t_2 - t_1) + K_{31} (t_3 - t_1) = \frac{C \cdot w \cdot V}{\Delta \theta} (t'_1 - t_1)$$

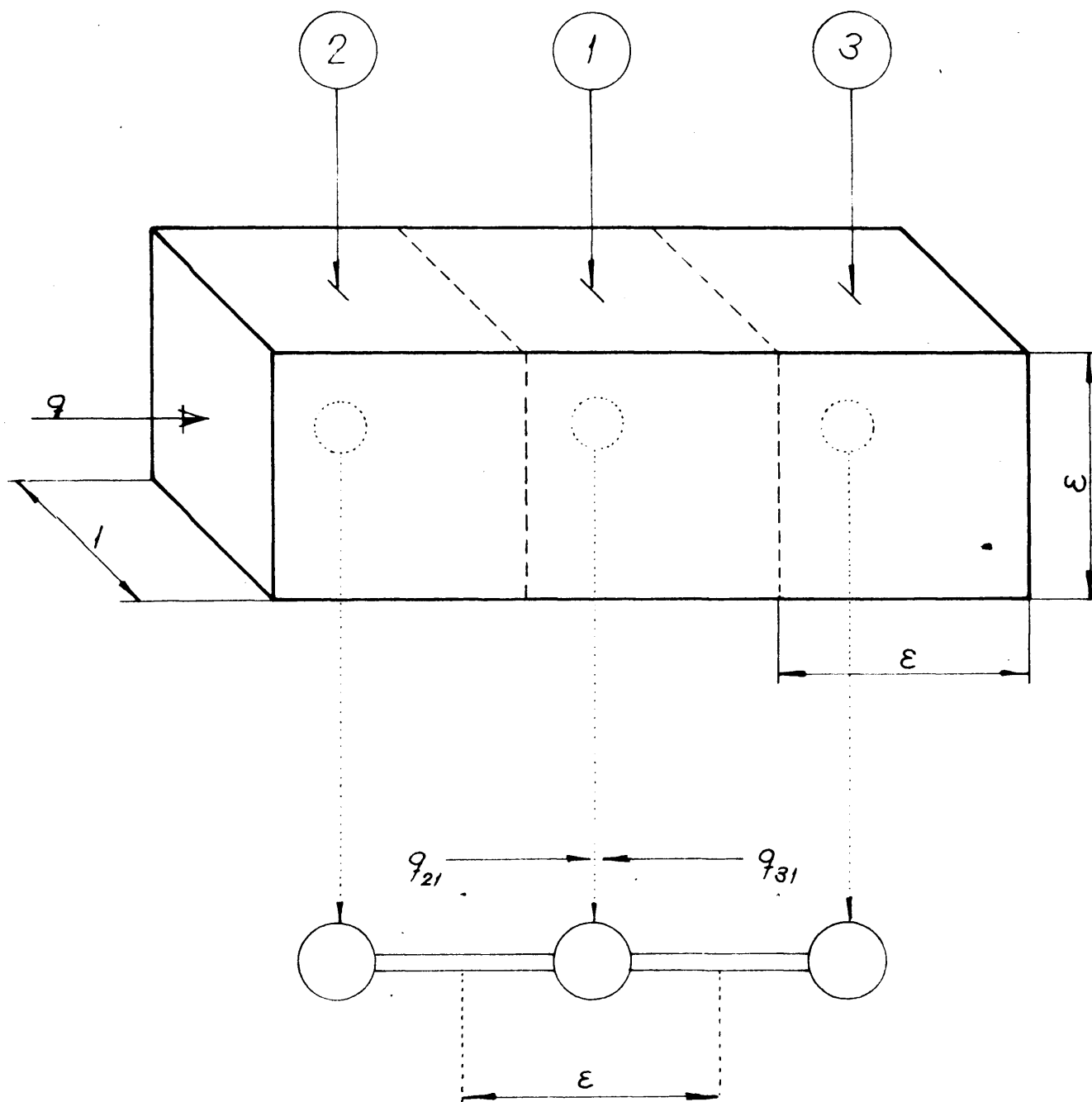


Fig. V.3

Para una red unidimensional, con un área $A = \varepsilon \times 1 \text{ cm}^2$ de conducción, $K = k (\varepsilon \times 1/\varepsilon) = k$, y siendo la difusividad térmica, $\alpha = k/Cw$, se tiene para t'

$$t'_i = \oplus \left[t_2 + t_3 + \left(\frac{1}{\oplus} - 2 \right) t_1 \right] \quad (3)$$

en dónde \oplus viene dado por:

$$\oplus = \frac{K \cdot \Delta \theta}{C \cdot w \cdot V} = \frac{\alpha \cdot \Delta \theta}{\varepsilon^2} \quad (4)$$

La ecuación (3) es la base del método de cálculo que se ha utilizado en este estudio. Dado que el sistema depende tanto del tiempo como del espacio, han de elegirse los incrementos respectivos de ambas variables. No se pueden prefijar de un modo independiente uno del otro, ya que de acuerdo con (4), el término $(1/\oplus - 2)$ debe ser mayor ó igual a cero, ó sea

$$\oplus \leq \frac{1}{2}$$

y para un incremento de espacio dado, ε , el incremento de tiempo viene limitado por la expresión

$$\Delta \theta \leq \frac{\varepsilon^2}{2\alpha}$$

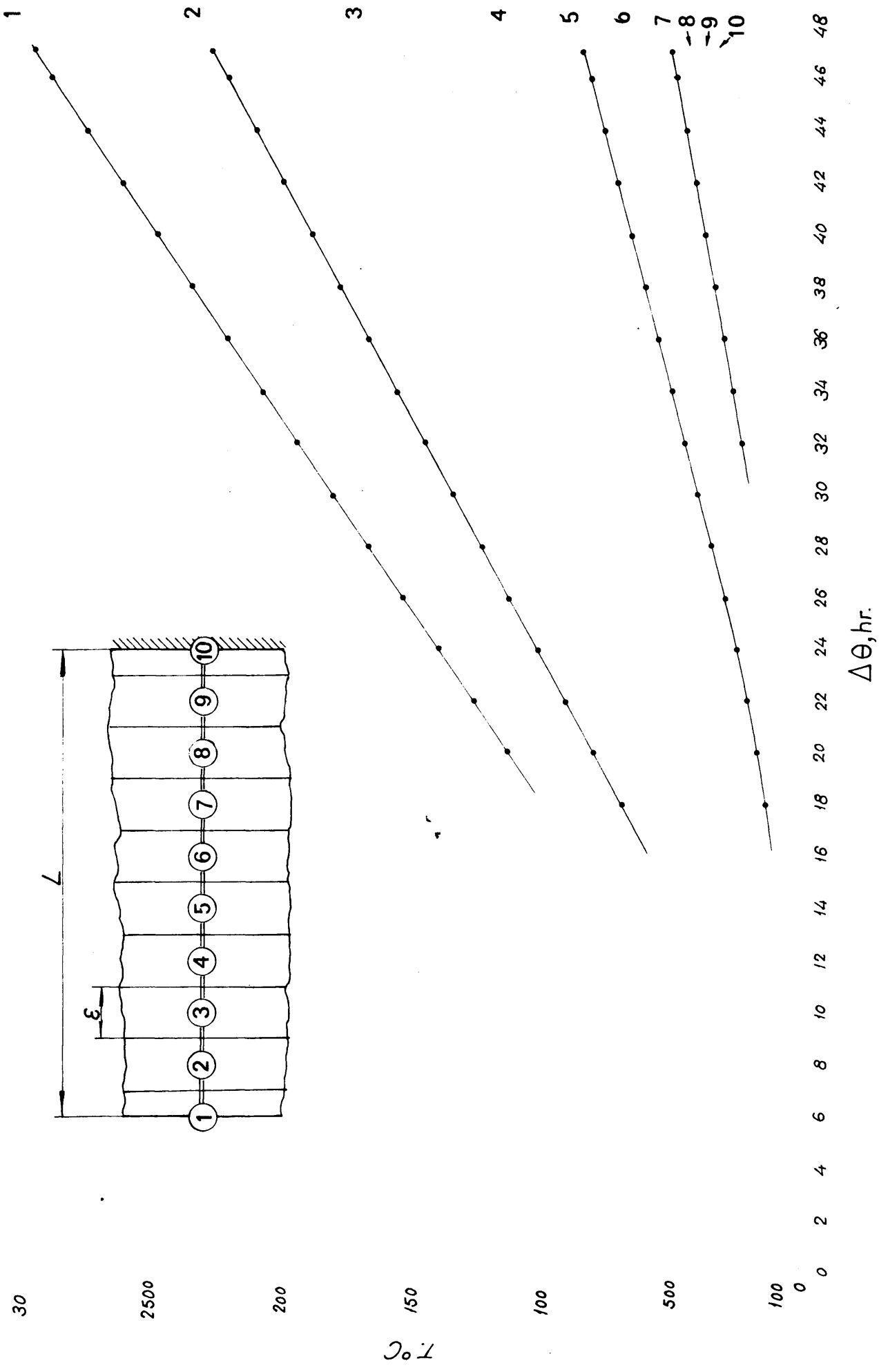
Si se elige el máximo valor permisible, $\oplus = \frac{1}{2}$, se tiene que

$$\oplus = \frac{1}{2}; \quad t'_i = \frac{1}{2} (t_2 + t_3)$$

ó sea, después de un intervalo de tiempo $\Delta \theta$, la temperatura del punto 1, está dada por la media aritmética de las temperaturas de los puntos nodales adyacentes al principio del incremento de tiempo considerado.

5.1.2.3.- Capa sin resistencia límite.

Se estudia el estado térmico de los distintos puntos nodales representados en la fig. V.4, en la que se



DISTRIBUCION DE TEMPERATURAS PARA UNA CAPA INFINITA DE MEZCLA CALORIFUGA Fig. V.4

dá una porción de capa calorífuga de un horno tipo Acheson. La cara interna, punto (1) está en contacto con el núcleo del horno.

Datos.-

Incremento de espacio: 7.5 cm.

Grosor de la capa a considerar: 70 cms, siendo ésta la dimensión normal de un horno real, aproximadamente.

Conductividad térmica del aislante: Se emplea un valor medio, de acuerdo con las medidas hechas en la primera parte de este trabajo, de $k = 7 \text{ mw/cm}^2 \cdot ^\circ\text{C/m} = 7 \cdot 10^{-3} \text{ w/cm}^2 \cdot ^\circ\text{C} = 10^{-3} \cdot 1,67 \text{ cal/cm.sg.}^\circ\text{C}$.

Calor específico de la capa: Se considera una mezcla de coque -25 % arena Ottawa. Una media de los calores específicos de ambos componentes dá como valor medio $C = 0,33 \text{ cal/gr}^\circ\text{K}$.

Densidad de la mezcla: 1,1 gr/cc.

Difusividad térmica: El valor del coeficiente de difusividad térmica está dado por:

$$\alpha = \frac{k}{C \cdot w} = \frac{10^{-3} \cdot 1,67}{(0,33) (1,1)} = 4,648 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{sg.}$$

Valor del módulo : 1/2

Intervalo ó incremento de tiempos:

$$\Delta\theta = (7,5)^2 \cdot / (2) (4,65 \cdot 10^{-3}) = 1,68 \text{ horas}$$

Luego cada 1,68 horas se debe estudiar el estado térmico de los diferentes puntos nodales considerados. El estado inicial del horno, para un tiempo cero, es de $T = 20^\circ\text{C}$. Al comienzo de los tiempos, el punto (1), en contacto con el núcleo y a su misma temperatura varía de acuerdo con la ley de calentamiento del núcleo. Para esta variación se ha tomado una curva temperatura-tiempo típica que se representa en la fig. V.5, junto con la variación de intensidad total suministrada (7).

Se divide la capa a estudiar en 10 subvolúmenes, siendo los subvolúmenes extremos de volumen mitad que los

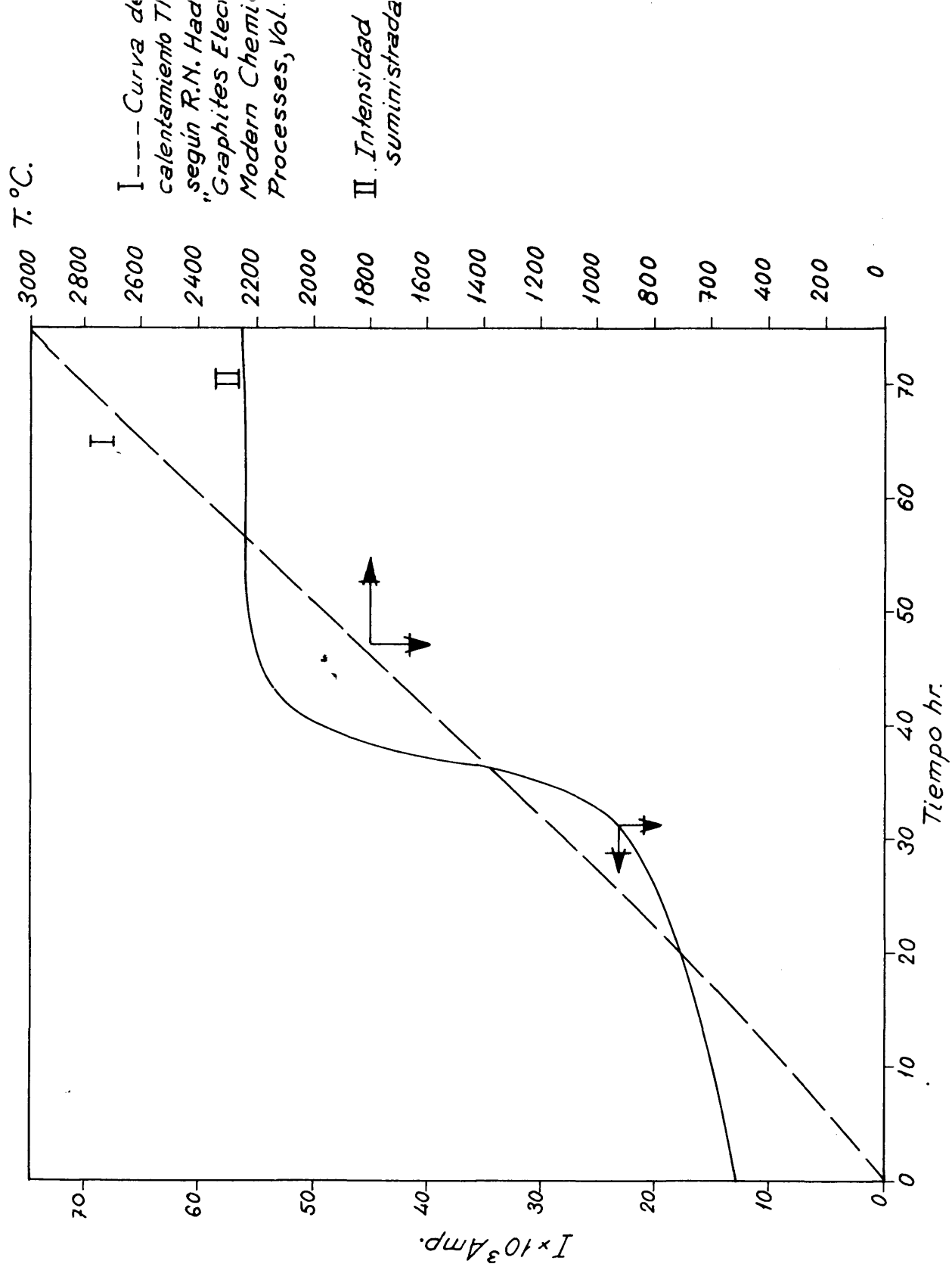


Fig. V.5

otros. Dado que para un tiempo = 0, la temperatura del punto (1), t_1 , es 20 °C y para un tiempo total de 1,68 horas vale 54 °C, de acuerdo con la gráfica, se considera como valor inicial de temperaturas la media de estos dos valores, 37 °C. Las distintas temperaturas del punto (1), a lo largo del tiempo estarán dadas por la figura V.5 para incrementos de tiempos de 1,68 hr.

Las temperaturas correspondientes de la capa calorífuga a distancias de Δx , $2\Delta x$, $3\Delta x$, $4\Delta x$..., en donde $x = 7,5$ cms. se calculan mediante la fórmula (1) y se han representado en la figura V.4. Si se supone la cara exterior aislada, el gradiente de temperatura será cero, por lo que el punto (9) se le asigna una temperatura doble, tal que $t'_{10} = \frac{1}{2} (2 t_4) = t_4$.

5.1.2.4.- Capa con convención.

En este caso, el punto nodal extremo, el número 10 en el dibujo, se encuentra en contacto con el ambiente, por lo que en este subvolumen el balance de calor será:

Calor que llega procedente del subvolumen (9):

$$q' = k (t_9 - t_{10})$$

Calor que sale del subvolumen considerado:

$q'' = h \cdot \mathcal{E} \cdot (t_{10} - t_a)$, siendo h el coeficiente de convención-radiación y t_a la temperatura ambiente.

La diferencia entre estos calores será igual al incremento de energía interna del subvolumen, $C.w.V (t'_{10} - t_{10}) / 2 \Delta \theta$ en donde V , viene dado por el volumen $V = \mathcal{E}^2 / 2$. Se tienen entonces las siguientes ecuaciones:

$$k (t_9 - t_{10}) - h \mathcal{E} (t_{10} - t_a) = \frac{C w \mathcal{E}^2}{2 \Delta \theta} (t'_{10} - t_{10})$$

$$t_9 - t_{10} - \frac{h \mathcal{E} (t_{10} - t_a)}{k} = \frac{C w \mathcal{E}^2}{2 k \Delta \theta} (t'_{10} - t_{10})$$

Dado que

$$\oplus = \frac{\alpha \Delta \theta}{\varepsilon^2} = \frac{k \Delta \theta}{\varepsilon^2 c \omega}$$

$$t_q - t_{10} - \frac{h \cdot \varepsilon (t_{10} - t_a)}{K} = \frac{1}{2 \oplus} (t'_{10} - t_{10})$$

$$t'_{10} = 2 \oplus \left[t_q - t_{10} - \frac{h \cdot \varepsilon (t_{10} - t_{20})}{K} \right] + t_{10} \quad (5)$$

La fórmula (5) permitirá, conocido el coeficiente h , calcular las temperaturas del punto nodal 10 a lo largo del tiempo. El cálculo total es análogo al caso a), con la salvedad de la t_{10} . Así pues, las temperaturas de los demás puntos nodales vendrán dadas por la fórmula (3), mientras que la del punto (10) vendrá dada por la (5).

Cálculo de h :

Se emplea el coeficiente combinado de convención y radiación:

$$h = h_c + h_r$$

en dónde h_c , coeficiente de convención está dado por

$$h_c = 0.27 (\Delta t_s)^{0.25}$$

siendo Δt_s la diferencia $t_{10} - t_a$, y h_r , coeficiente de radiación, que puede hallarse según Perry (8) y suponiendo una emisividad de 0,8 para la pared, la suma de h_c y h_r se da en forma gráfica en la fig. V.6. Los resultados obtenidos se representan en la fig. V.7.

Comparando la fig. V.4 con esta última, no se aprecian grandes diferencias, lo que parece indicar que en las condiciones del presente estudio a partir de un cierto valor, el espesor de la capa aislante no es crítico.

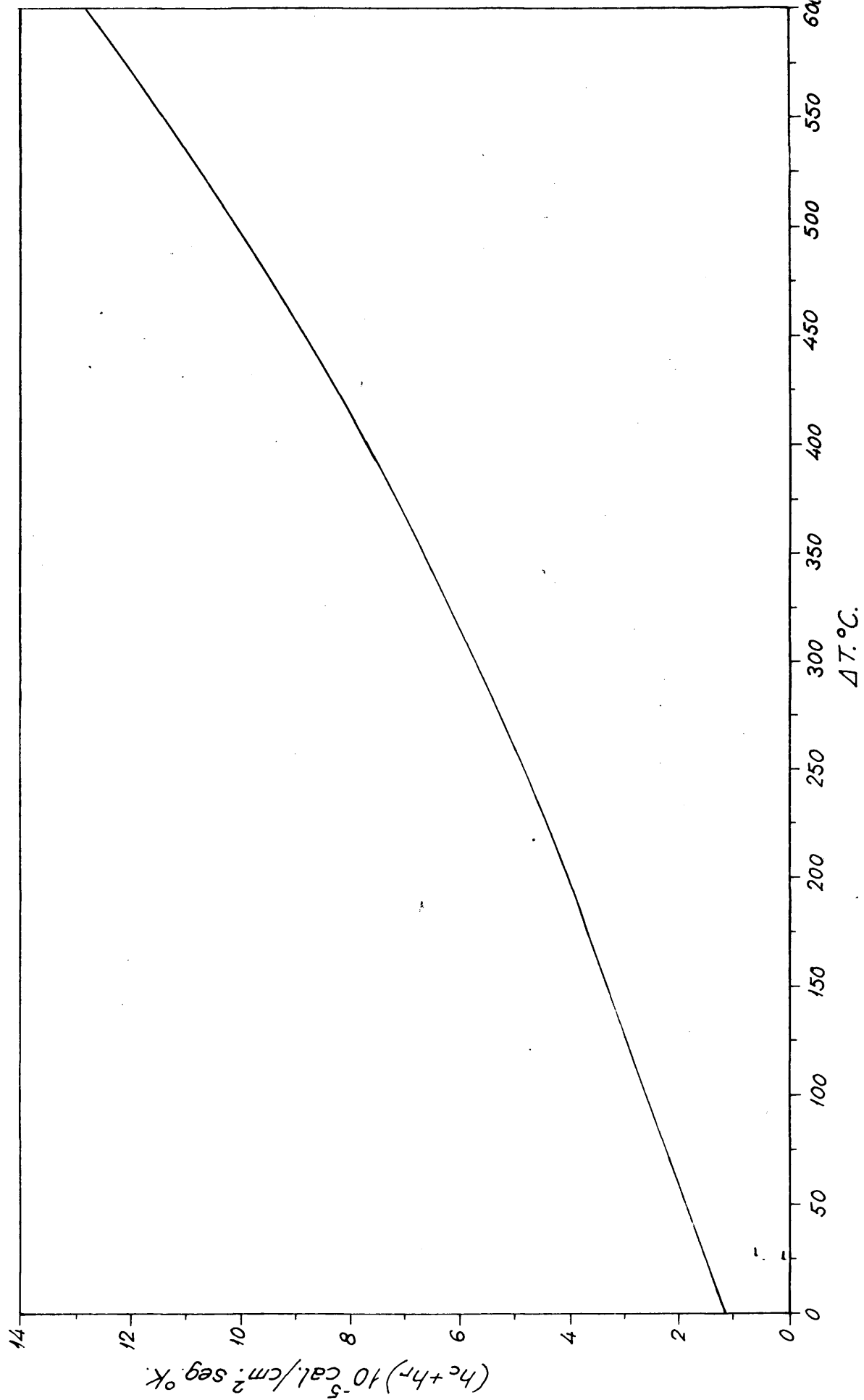


Fig. V.6 - (Pared ambiente)

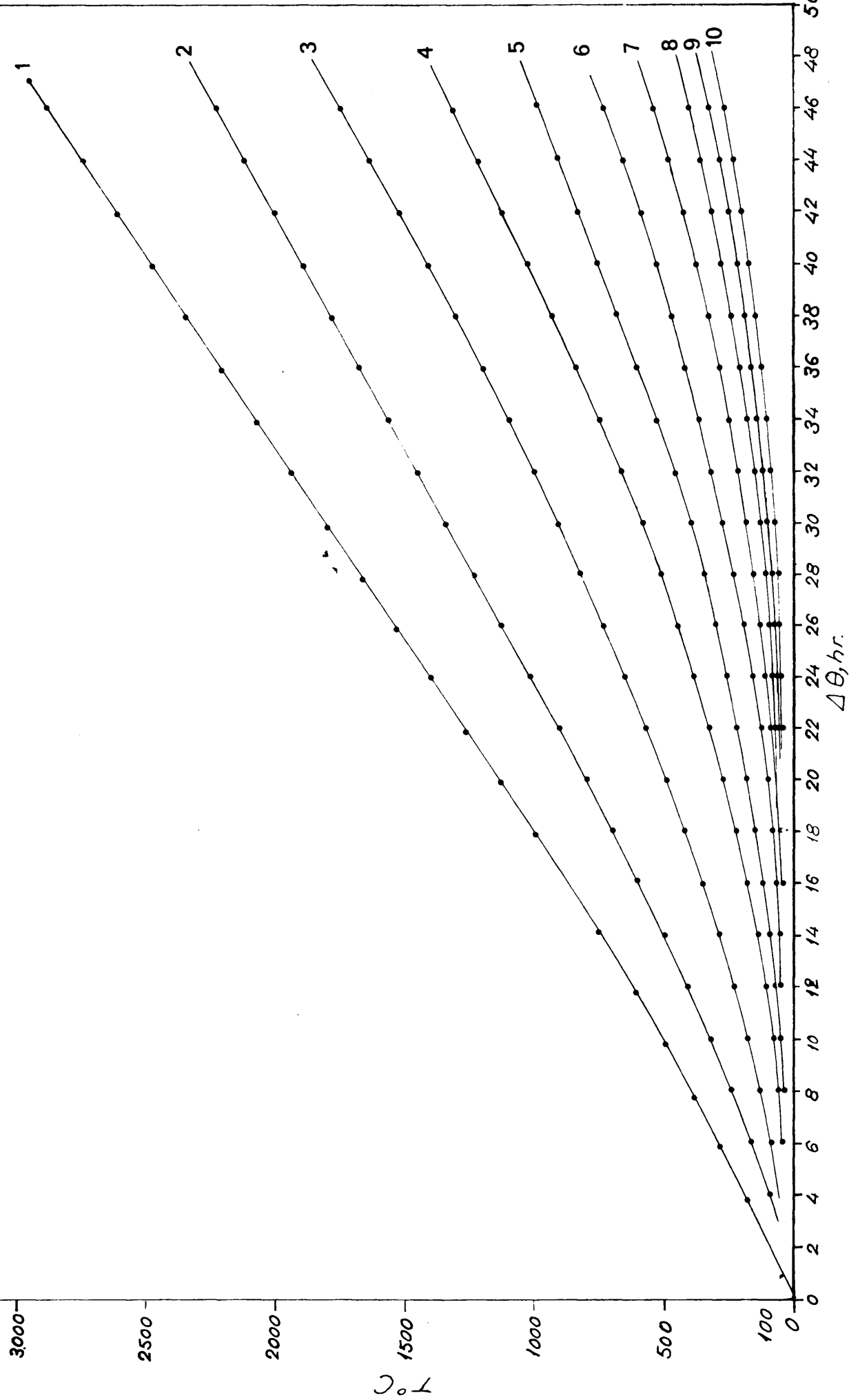


Fig. V.7 - DISTRIBUCION DE TEMPERATURAS PARA UNA CAPA FINITA DE MEZCLA CALORIFUGA

5.1.2.5.- Generación de calor en todo el horno.

Se considera en primer lugar la definición de la expresión para una generación constante a lo largo del tiempo y del horno. Si se genera calor en los distintos subvolúmenes, debido al paso de corriente eléctrica, a la velocidad constante y uniforme de q_0 calorías/sg-cm³, el balance de calor general para un subvolumen, tal como el (5), de volumen $V = \epsilon^2$, estará dado por

$$-\sum K \cdot \Delta t \cdot \Delta \theta + q_0 V \cdot \Delta \theta = C \cdot \omega \cdot V \cdot \Delta t'$$

que para el punto (5) se convierte en

$$t'_5 = \oplus \left[t_4 + t_6 + \left(\frac{1}{\oplus} - 2 \right) t_5 \right] + q_0 \frac{\epsilon^2}{K} \cdot \oplus$$

El método es pues análogo a los ya considerados excepto en la adición de un término constante de temperatura:

$$q_0 \frac{\epsilon^2}{K} \oplus$$

durante cada intervalo de tiempo. Debido a que las condiciones de trabajo de un horno no producen un calor constante y uniforme, se indica solamente el tratamiento a seguir, sin dar valores numéricos para el caso considerado.

Para una generación de calor que varíe linealmente con la temperatura del punto nodal considerado, se procede a un balance de calor en un subvolumen tal como el (5). Siendo la expresión del calor producido en la forma $qt = q_0 (1 + a t)$, en donde "a" es una constante, se tiene:

Calor que fluye del subvolumen (4) al (5) en el tiempo $\Delta \theta$
 $q_1 = k (t_4 - t_5) \cdot \Delta \theta$

Calor que fluye del subvolumen (6) al (5) en el mismo tiempo

$$q_2 = k (t_6 - t_5) \cdot \Delta \theta$$

Calor generado en el subvolumen (5)

$$q_0 (1 + q_0 t_5) \cdot \Delta \theta \cdot V$$

Aumento de energía interna durante el referido tiempo:

$$C.w.v. (t_5 - t_5)$$

Luego se tiene

$$K(t_4 - t_5) \cdot \Delta\theta + K\Delta\theta(t_6 - t_5) + \Delta\theta \cdot V \cdot q_o (1 + Q_o \cdot t_5) = C.w.v. (t'_5 - t_5) = K \cdot \Delta\theta \cdot (t_4 + t_6 - 2t_5) + q_o (1 + Q_o t_5)$$

Introduciendo el término \oplus y reagrupando:

$$\oplus = \frac{K \cdot \Delta\theta}{C.w.v} = \frac{\alpha \Delta\theta}{v}$$

$$t'_5 = t_5 + \frac{K \cdot \Delta\theta}{C.w.v} (t_4 + t_6 - 2t_5) + \frac{q_o}{C.w.v} + \frac{q_o Q_o t_5}{C.w.v} =$$

$$t_5 + \oplus (t_4 + t_6 - 2t_5) + \frac{q_o V}{K} + \frac{q_o Q_o t_5 \cdot \alpha \cdot \Delta\theta}{K}$$

$$A'_5 = \oplus \left[t_4 + t_6 + \left(\frac{1}{\oplus} - 2 + \frac{\Delta\theta}{\oplus} \cdot \frac{\alpha q_o Q_o}{K} \right) t_5 \right] + \oplus q_o \frac{\varepsilon^2}{K}$$

y el criterio para \oplus resulta ser:

$$\oplus \leq \frac{1}{2} \left[1 + \left(\alpha q_o \frac{Q_o}{K} \right) \Delta\theta \right] \quad (6a)$$

Para calcular la generación de calor en la capa calorífuga, se deben evaluar las fracciones de la intensidad total suministrada que se disipan a través de dicha capa. Esto supone el conocimiento de las resistividades de núcleo y capa calorífuga durante todo el proceso de la grafitación, para que, con una sencilla relación de áreas, calcular las intensidades que atraviesan cada zona. Si - también las resistividades de la capa calorífuga se conocen y son prácticamente constantes, (4), la resistividad del

núcleo, formado por barras de carbón que se van grafitando y coque, es desconocida. Se debe acudir a aproximaciones ó bien basadas en la experiencia, ó bien en los cálculos que se han presentado para preveer el espaciado de las barras.

En efecto, en este último estudio se llega a una evaluación de la resistividad del núcleo, resistividad - que es aproximada, pues se supone que la potencia suministrada se disipa enteramente en dicho núcleo, lo cual no es cierto al haber pérdidas por derivación de la corriente. Por otra parte la experiencia indica que a medida que en la capa exterior calorífuga los materiales de construcción de un horno se degradan por el continuo uso, el consumo de potencia se eleva hasta un 20-25 % por encima de la original. Por otra parte, las mejoras introducidas en el diseño de esta capa aislante disminuyen el consumo de potencia en porcentajes que dependen del estado del horno y que - suelen oscilar entre un 5 y un 20 %. Esta mejora en el rendimiento se logra evidentemente minimizando la corriente que se pierde a través del aislante.

Para este estudio y dado que se dispone de una curva Intensidad total - tiempo tipo, se ha elegido este segundo procedimiento suponiendo una disipación de un 5 % de la potencia total suministrada. Si esta generación de calor se supone no uniforme y linealmente dependiente de la temperatura local, se podrá expresar como

$$Q = Q_0 (1 + a \cdot t) \text{ cal/hr. cc.}$$

Ya que este calor se debe al paso de corriente eléctrica, vendrá dado por una expresión tal como:

$$Q' = (0.24) i^2 \cdot R \cdot t$$

siendo i la fracción de corriente de la intensidad total suministrada que se disipa a través de la capa calorífuga y R la resistencia eléctrica.

Valor de i :

Se calcula como porcentaje de la intensidad total, cuyos valores se encuentran representados en la fig. V.5. Se han calculado las fracciones $(0.05) I$, $(0.10) I$, siendo I la intensidad total.

Valor de R :

Se conocen las resistividades de diferentes mezclas calorífugas (4). Puesto que $R = l \cdot \rho / S$, siendo l la longitud del horno, S la sección y ρ la resistividad, se conoce igualmente la resistencia. Se ha tomado como valor medio para nuestra mezcla tipo el valor de

$$\rho = 1 \quad \Omega - \text{cm.}$$

El valor de Q , en cal/hr. cc. estará expresado por la fórmula

$$Q = \frac{(0,24) (i)^2 (R) (3600)}{V} \quad \text{calorias/hr. cc.}$$

siendo V el volumen del aislante por el que pasa la intensidad i . Dado que $V = S \cdot L$, siendo S la sección y L la longitud-

$R = L \cdot \rho / S$, se tiene que

$$Q = \frac{(0,24) (I)^2 \cdot 3600}{(30) 10^8} \cdot a^2$$

en dónde se ha expresado $i = a \cdot I$, siendo I la intensidad total y " a " la fracción que se disipa, en una capa calorífuga de $5,5 \text{ m}^2$ de sección. En la tabla V.1 aparecen las intensidades totales y las que recorren la capa calorífuga para valores de " a " de 0,05 y 0,10, elevadas al cuadrado; y en la tabla V.2 los correspondientes valores de Q . calorias/hr.cc.

En estas tablas de valores pueden observarse - las diferencias tan acusadas al pasar de una intensidad - de 0,05 I a una de 0,15 I . Parece crítica, ó al menos muy importante, la pérdida de corriente por la capa calorífuga, por el consumo tan grande de calorías que esto supone.

Suponiendo una pérdida del 5 %, se calcula la expresión $q = q_0 (1 + at)$: En la gráfica que da el estado térmico, fig. V.7, tomando la curva (5) como temperatura media de la mezcla calorífuga, se tiene, que para una temperatura de 100°C , ha transcurrido un tiempo de (1,68) (14) = 23,5 horas y según la tabla II $q = 0,26 \text{ cal/hr.cc.}$

TABLA V.1.- Distribución de intensidades

<u>° T ° C</u>	<u>I.103 amp.</u>	<u>hr.</u>	<u>(0,051)²</u>	<u>(0,101)²</u>	<u>(0,151)²</u>
150	14	5	0,49	1,94	4,41
300	15	10	0,56	2,25	5,06
500	16	15	0,64	2,56	5,76
700	18	20	0,81	3,24	7,29
900	20	25	1,0	4,00	9,00
1120	22,5	30	1,27	5,06	11,39
1330	30	35	2,25	9,00	20,25
1550	49	40	5,00	24,01	54,02
1750	54	45	7,29	29,16	65,61
1950	56	50	7,84	31,36	70,56
2100	56	55	7,84	31,36	70,56
2300	56	60	7,84	31,36	70,56
2600	56	65	7,84	31,36	70,56
2800	56	70	7,84	31,36	70,56
3000	56	75	7,84	31,36	70,56

TABLA V.2.- Distribución de calorías

<u>$(Q_1) \cdot 10^{-2}$</u>	<u>$(Q_2) \cdot 10^{-2}$</u>	<u>$(Q_3) \cdot 10^{-2}$</u>
14	56	127
16	65	146
18	74	166
23	93	210
29	115	259
36	146	328
65	259	583
173	691	1556
210	840	1890
226	903	2032

mientras que para una temperatura de 900 °C ha transcurrido un tiempo de $(1,68) 44 = 74$ horas, $q = 2,25$ calorías/hr.cc. Se obtiene con estos valores

$$q = 0,01 (1 + 0,25 t) \text{ calorías/hr.cc,}$$

Volviendo a la fórmula 5, los valores a emplear son los siguientes:

$$\begin{aligned} \text{Incremento de tiempo, } \Delta\theta &= (1,68) (2) = 3,36 \text{ horas} \\ \text{Difusividad térmica, } \alpha &= (4,648) \cdot 10^{-3} \text{ cm}^2/\text{sg.} \\ \text{Conductividad térmica, } K &= (1,67) 10^{-3} \text{ cal/cm.seg.}^\circ\text{C} \\ q_0 &= 0,01 \text{ cal/hr.cc.} \\ a_0 &= 0,25 T^{-1} \end{aligned}$$

Con el incremento de tiempo prefijado se elige un incremento de espacio ε de 15 cms, cumpliendo así la condición (6a).

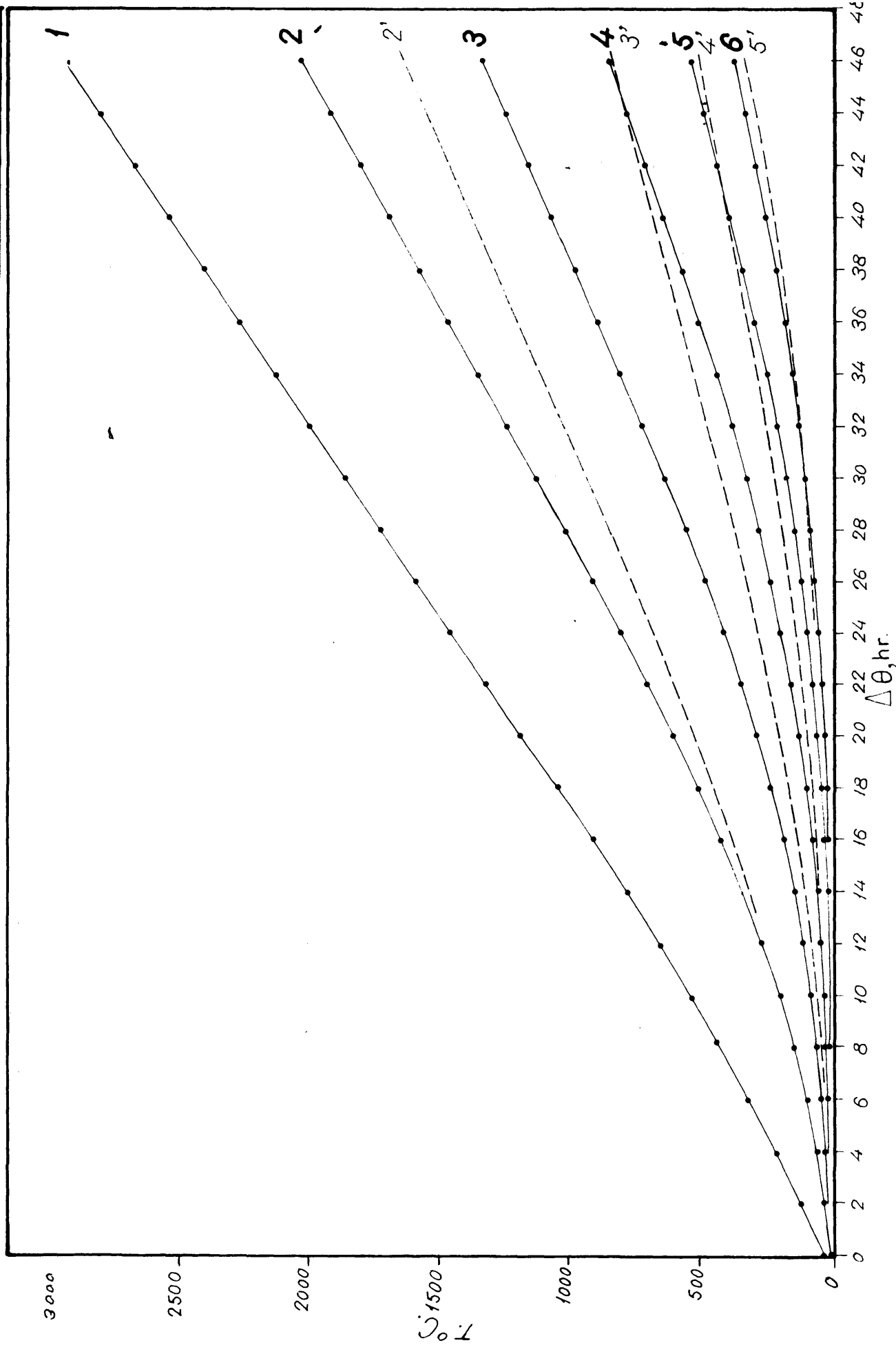
Con estos valores el término Φ toma el valor

$$\begin{aligned} \Phi &= \frac{(\alpha) \cdot (\Delta\theta)}{\varepsilon^2} = \frac{(4,648) 10^{-3} (3,36) (3600)}{15^2} = \\ &= 0,249 \approx 1/4. \end{aligned}$$

y la fórmula (5) se transforma en:

$$\begin{aligned} t'_1 &= 1/4 \cdot \left[t_{i+1} + t_{i-1} + (4-2 + \right. \\ &+ \frac{(4) (3,36) (4,648) (10^{-2}) (0,25)}{1,67} t_i) \left. + \right. \\ &+ \frac{(0,01) 15^2}{(4) (3600) (1,67) 10^{-3}} \end{aligned}$$

Esta fórmula final será la base de cálculo para el caso estudiado. Los resultados se dan en la gráfica V.8, suponiendo una subida del núcleo según fig. V.4 hasta 2.500 °C y capas de 15 cms. de grosor. Los niveles térmicos



DISTRIBUCION DE TEMPERATURAS PARA UNA CAPA FINITA CON PRODUCCION DE CALOR Fig. V. 8

cos de los distintos puntos nodales son superiores a los casos anteriores, tal como se representa en la fig. V.8.

5.1.3.- Conclusiones.

a) La disipación de corriente a través de la - capa calorífuga supone un gran aumento de las calorías - consumidas, tal como se desprende de la tabla V.2. Tal aumento se ve reflejado en la fig. V.8, en dónde se ha representado mediante líneas discontinuas el estado térmico de los puntos nodales considerados cuando no se genera calor alguno. Obsérvese la diferencia térmica entre ambos - casos. Resulta pues conveniente colocar dentro de la capa de coque envolvente, placas de algún material carbonizable (cartón fuerte, productos comerciales como el tablex) para que la corriente eléctrica no discurra por las capas más externas.

b) Aún en el caso más favorable, esto es, cuando no se genera calor, las capas interiores de la mezcla calorífuga alcanzan altas temperaturas, superiores a 2.000 °C, por lo que resulta justificada la medida de muchos - constructores de colocar una capa de coque solo intermedia. Se evita así en parte la formación de carborundum, y una mayor vida de la mezcla calorífuga. En la figura V.9 se da un corte de un tipo adecuado, especificándose las - propiedades medias de los componentes.

c) Debido a la naturaleza poco conductora y porosa del aislante, no parece que sea crítica la dimensión del mismo, dada la semejanza de las gráficas.

d) El paso de mínimos porcentajes de corriente eleva el conjunto del horno a niveles térmicos no deseados, pues podría darse el caso, para una degradación más acusada, de una inversión del flujo de calor, ésto es hacia el núcleo desde las capas exteriores.

e) Los resultados que se han dado son sólo relativos al haberse operado con datos medios y curvas tipo. Sin embargo, el método de análisis admite cualquier tipo de curva de calentamiento, así como variación en los datos utilizados.

f) El método de análisis desarrollado en este estudio, admite cualquier otro tipo de curva de calentamiento, así como variaciones en los datos utilizados. Así por ejemplo, para un material aislante de conductividad térmica doble que la considerada, se tiene que

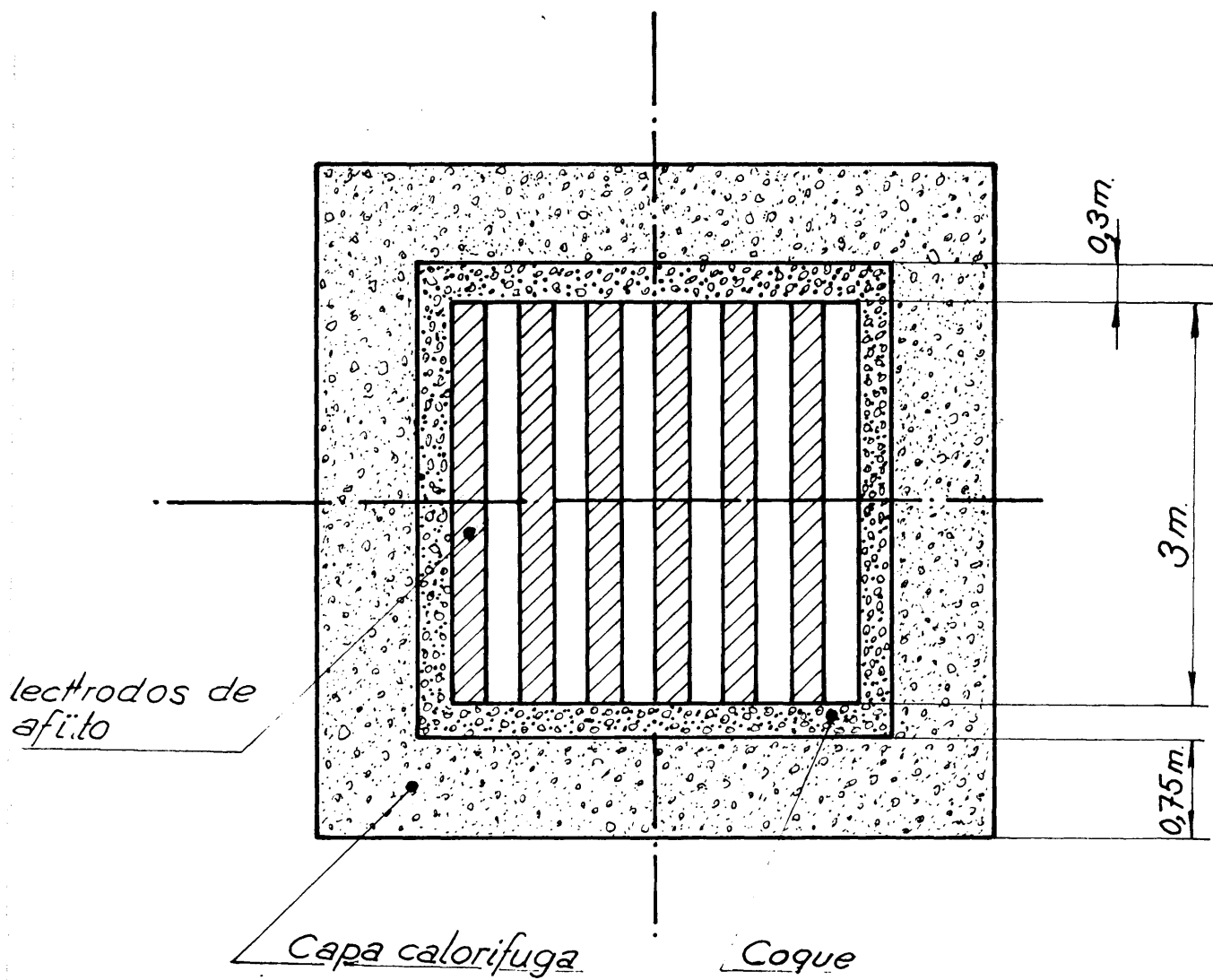


Fig.V.9

$$k'_e = 2 k_e \quad \alpha' = k'_e / C.w = 2.\alpha$$

siendo k'_e la nueva conductividad térmica, por lo que si consideramos de nuevo el caso de una capa sin resistencia límite y damos el mismo valor al parámetro $\Theta = 1/2$, para obtener los mismos valores anteriores, los incrementos de tiempos deben ser ahora mitad según la fórmula (4). El valor pues de la conductividad térmica del aislante se considera de enorme importancia en el periodo de calefacción del horno.

g) El continuo envejecimiento del horno, con la consiguiente vitrificación de la solera, que provoca unas pérdidas de calor crecientes, junto con la demanda cada vez más cuantiosa de las acererías, que supone nuevos diseños de hornos que cumplan las exigencias de mayor capacidad y mejor calidad mayores de día en día, motiva que el horno de grafitación en uso durante más de 70 años presente aún hoy día problemas de difícil solución y de varia da complejidad.

5.2.- Estudio teórico de la transferencia de calor en un reactor para magnesioterapia.

Los métodos para la producción de uranio metálico más corrientemente empleados a escala industrial son la reducción por calcio ó magnesio del tetrafluoruro (5). Ambas reacciones son exotérmicas, si bien en el caso de la magnesioterapia, se precisa aportación de calor a la reacción para conseguir una buena separación metal-escoria.

5.2.1.- Termodinámica del proceso.

La reducción del UF_4 con magnesio ocurre según la reacción



En la tabla V.3 se dan los correspondientes incrementos de energía libre negativo en un amplio intervalo de temperaturas (6,7):

Tabla V.3.- Incremento de energía libre para la reacción
(7)

<u>T °C</u>	<u>25°</u>	<u>400°</u>	<u>800°</u>
F° Kcal	- 85	- 79	- 73

La reacción debe llevarse a efecto a una temperatura tal que los productos de la reacción sean líquidos. Así se favorece la separación del uranio metálico de la escoria de MgF_2 , formándose dos capas bien definidas.

El calor disponible para calentar y fundir los productos de la reacción es el siguiente (8):

Calor de formación del MgF_2	- 266.000 cal/mol
Calor de fusión del MgF_2	13.900 "
Calor de formación del UF_4	- 450.000 "
Calor para la transformación y fusión del uranio	4.350 "

Haciendo un balance térmico de la reacción (1), se tiene un calor total de

$$H = -2 \times 266.000 + 450.000 + 2 \times 13.900 + 4350 = \\ = 49.850 \text{ cal.}$$

El calor específico molar medio de los productos entre 500° y 1750° K es de 48 cal/mol. °K, por lo tanto el aumento de temperatura debido al calor disponible producido en la reacción será:

$$T_{\text{máx}} = \frac{49.850}{48} = 1.038 \text{ °C}$$

Esta temperatura es insuficiente para calentar los productos de la reacción por encima de los puntos de fusión del MgF_2 y del uranio (1.263° y 1.133°C respectivamente). En la Fig. V.10 se representa el efecto de la temperatura de ignición de la mezcla UF_4 -Mg sobre la máxima temperatura de reacción en condiciones adiabáticas. Por lo tanto si es conveniente alcanzar una temperatura alrededor

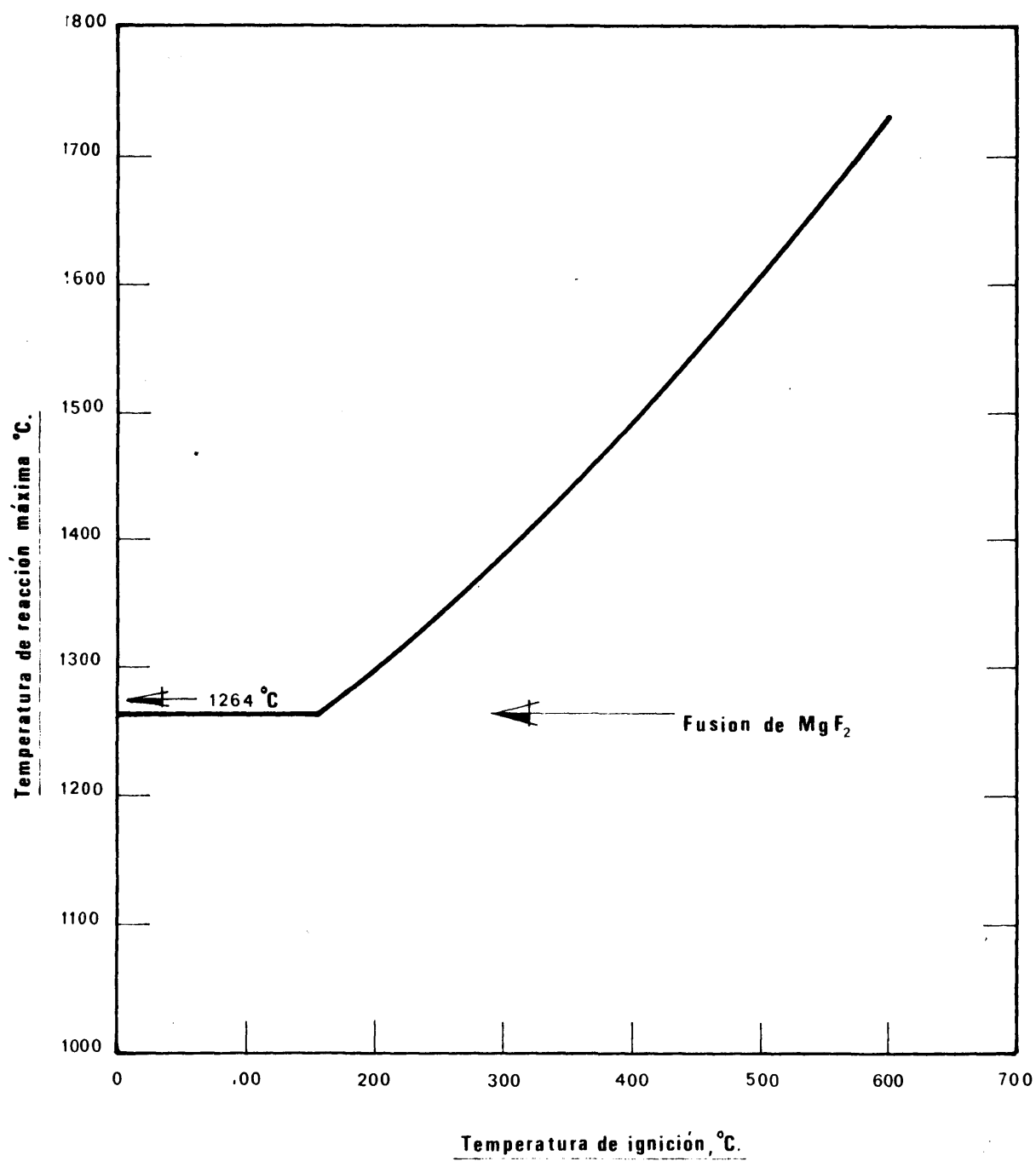


Fig. V.10

de 1500 °C se necesita una precalificación de los reactantes a 500 °C aproximadamente mediante una aportación de calor exterior.

En este punto el conocimiento de la conductividad térmica de la mezcla UF₄ y Mg es muy importante ya que es preciso conocer el tiempo necesario para que toda la masa del reactor haya alcanzado este nivel. Por otra parte, si la calefacción gracias a un gradiente térmico elevado es excesiva, la reacción se inicia en las capas exteriores, obteniéndose un lingote con una interfase muy poco definida. Es pues esencial conocer la conductividad térmica del medio y a partir de ella la difusividad térmica para poder realizar un control adecuado de la temperatura de calefacción del reactor y del tiempo necesario.

5.2.2.- Distribución de temperaturas en un reactor en función del tiempo y de la distancia.

El problema de la distribución de temperaturas para la transmisión de calor en régimen no estacionario en un modelo cilíndrico puede resolverse gráficamente siguiendo el método dado en "Conduction of Heat in Solids" de Carslaw y Jaeger (9) que utiliza la figura V.11, en la que:

- T₀ = temperatura inicial del cilindro.
- T₁ = temperatura de la superficie del cilindro en el tiempo t.
- T = temperatura en el interior, función del tiempo t y de la distancia al centro r.
- α = difusividad térmica de la mezcla.
- R = radio del cilindro.

Con arreglo a estas variables se han representado en dicha figura cinco curvas correspondientes a cinco valores de la relación $\alpha t/R^2$ iguales a 0,4; 0,2; 0,1; 0,04 y 0,01 respectivamente. Como puede verse, para un mismo tiempo de calefacción, al disminuir la conductividad térmica, disminuye en razón directa el cociente $\alpha t/R^2$ ya que

$$\alpha = \frac{K_e}{C_p \cdot d}$$

(C_p = calor específico y d = densidad de la mezcla).

Para el estudio de los perfiles de temperatura en un reactor de magnesioterminia se ha partido de la mezcla $UF_4 - 14\% Mg$ de densidad $2,70 \text{ gr/cc}$, $C_p = 0,118 \text{ kcal/Kg. } ^\circ C$, K_e medio de $3,0 \text{ mw/}^\circ C. \text{ cm}$ con un radio del reactor $R = 25 \text{ cm}$. valores todos ellos empleados en la práctica. Estas cifras dan para la difusividad de la mezcla el valor $0,00094 \text{ m}^2/\text{h}$. Los tiempos de calefacción deducidos de los valores de la relación $\propto t/R^2$ para cada curva de la Fig. V.11, vienen dados en la tabla V.4.

Tabla V.4.- Tiempos de calefacción en el eje de un cilindro.

$\frac{\propto t}{R^2}$	t (horas)
0,4	26,6
0,2	13,3
0,1	6,65
0,04	2,66
0,01	0,66

Por otra parte, del balance termodinámico de la reacción se deduce que es necesaria una precalefacción de aproximadamente $500^\circ C$. En consecuencia se han elegido cuatro valores para T_1 , 450° , 550° , 650° y 750° y se han calculado las cuatro familias de curvas correspondientes. Así por ejemplo, para una temperatura de pared $T_1 = 450^\circ C$, al cabo de 0,66 horas ($\propto t/R^2 = 0,01$) dando valores a r/R , se obtienen los valores de la Tabla V.5. En ella se ve que al cabo de este tiempo la mitad interior del reactor no ha empezado a calentarse. Para un tiempo de 2,66 horas se obtienen los valores de la tabla V.6., en cuyo tiempo la onda térmica ha empezado a llegar al centro del reactor.

TABLA V.5.- Distribución de temperaturas en un cilindro
para $\alpha t/R^2 = 0,01$ y $T = 450$ °C, al cabo de
0,66 horas.

<u>r/R</u>	<u>T °C</u>
0,-	20
0,2	20
0,4	20
0,5	20
0,6	24,3
0,7	41,5
0,8	97,4
0,9	310,3
1,0	450,0

TABLA V.6.- Distribución de temperaturas en un cilindro
para $\alpha t/R^2 = 0,01$ y $T = 450$ °C, al cabo de
2,66 horas.

<u>r/R</u>	<u>T °C</u>
0,0	24,3
0,2	28,6
0,4	47,9
0,5	73,75
0,6	112,5
0,7	170,5
0,8	252,2
0,9	340,4
1,0	450,0

Eje del cilindro

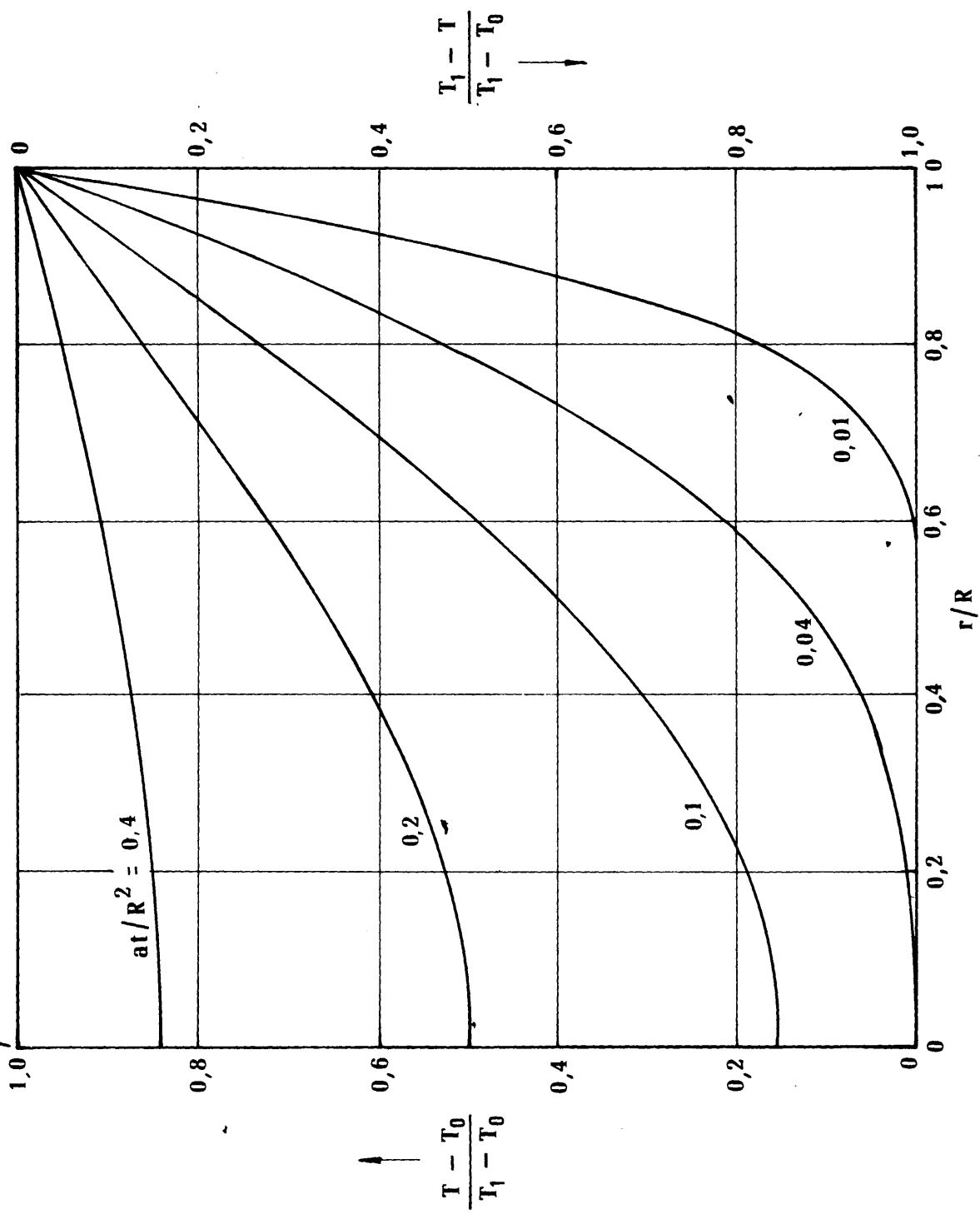


Fig.V.11

En las Figs. V.12, V.13, V.14 y V.15 se representan las familias de curvas calculadas. La solución ideal la ofrecen las curvas de mayor tiempo de calefacción puesto que el reactor tiene una temperatura prácticamente uniforme. Sin embargo, la práctica puede aconsejar bajo limitaciones, para abreviar el tiempo de la operación, empezar con una calefacción elevada, sin llegar al límite de cebado de la reacción y luego disminuir el calentamiento para uniformizar la temperatura en el interior.

5.2.3.- Cálculo de la temperatura media del reactor.

Una idea bastante aproximada del estado térmico del reactor en un instante dado, lo da el cálculo de la temperatura media de la masa reaccionante. En un reactor cilíndrico la masa situada en una determinada corona es proporcional al cuadrado del radio; en consecuencia el tiempo empleado en calentar las zonas próximas al eje es muy grande en relación con la cantidad de masa calentada. A partir de los valores de distribución de la temperatura, se ha calculado la temperatura media del reactor a lo largo del tiempo para diferentes condiciones iniciales.

Para ello se dividió el cilindro en una serie de coronas calculando el porcentaje de superficie de cada una. Este porcentaje se multiplicó por la temperatura media de la corona correspondiente, sumándose luego todos los valores parciales para obtener la temperatura media total. Así, por ejemplo, para una temperatura de la pared $T_1 = 450^{\circ}\text{C}$ y unos tiempos de calefacción de 0,66 y 2,66 horas (ejemplos puestos en 5.2.2) se tienen los valores de la tabla V.7, cuyas sumatorias de los productos del área de cada corona por su temperatura media correspondiente dan unas temperaturas medias totales de 129°C para un tiempo de 0,66 horas y 197°C para un tiempo de 2,66 horas.

En la Tabla V.8 se dan los valores calculados para cada una de las cuatro temperaturas T_1 supuestas, representándose en la Fig. V.16.

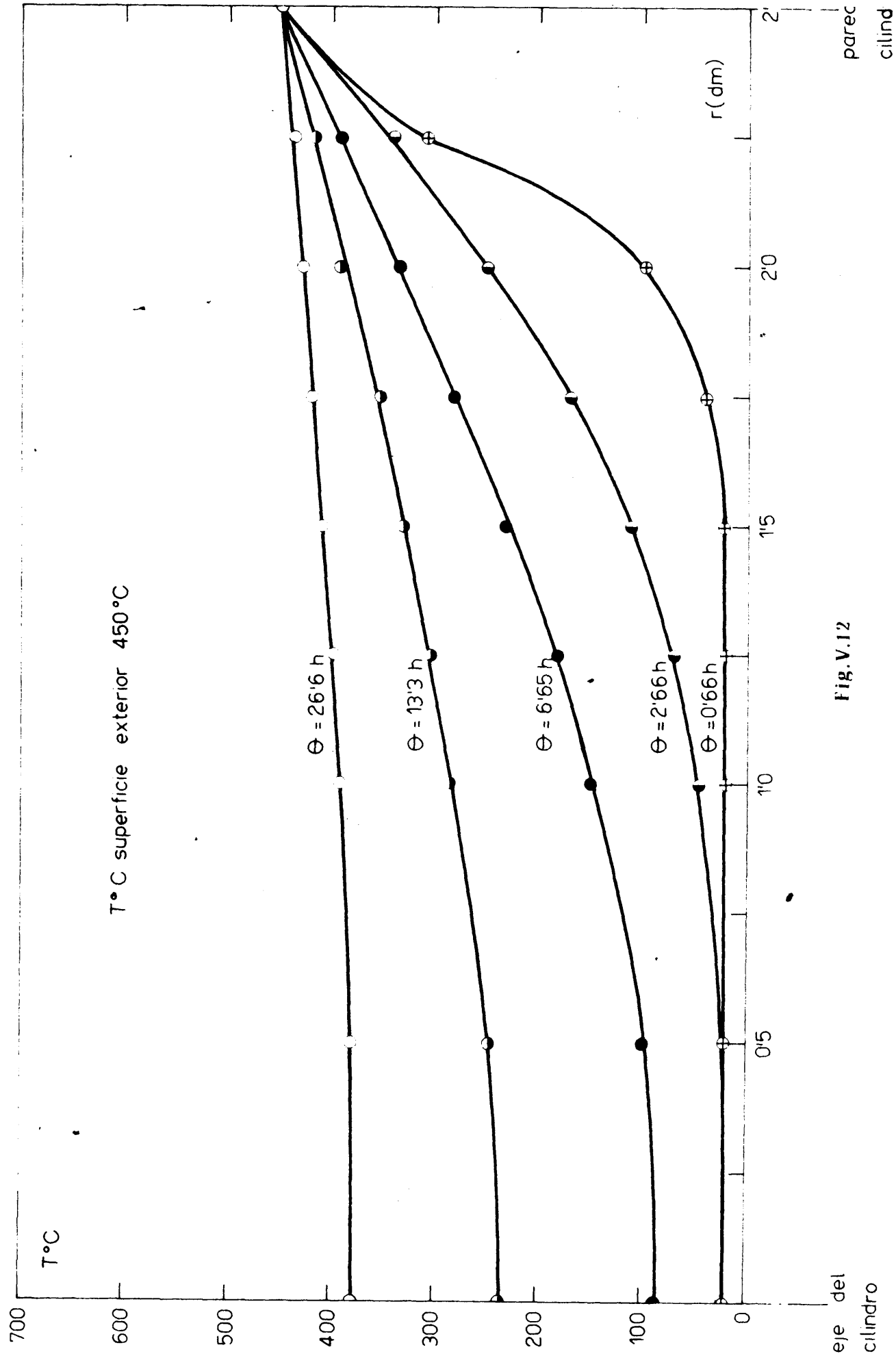


Fig.V.12

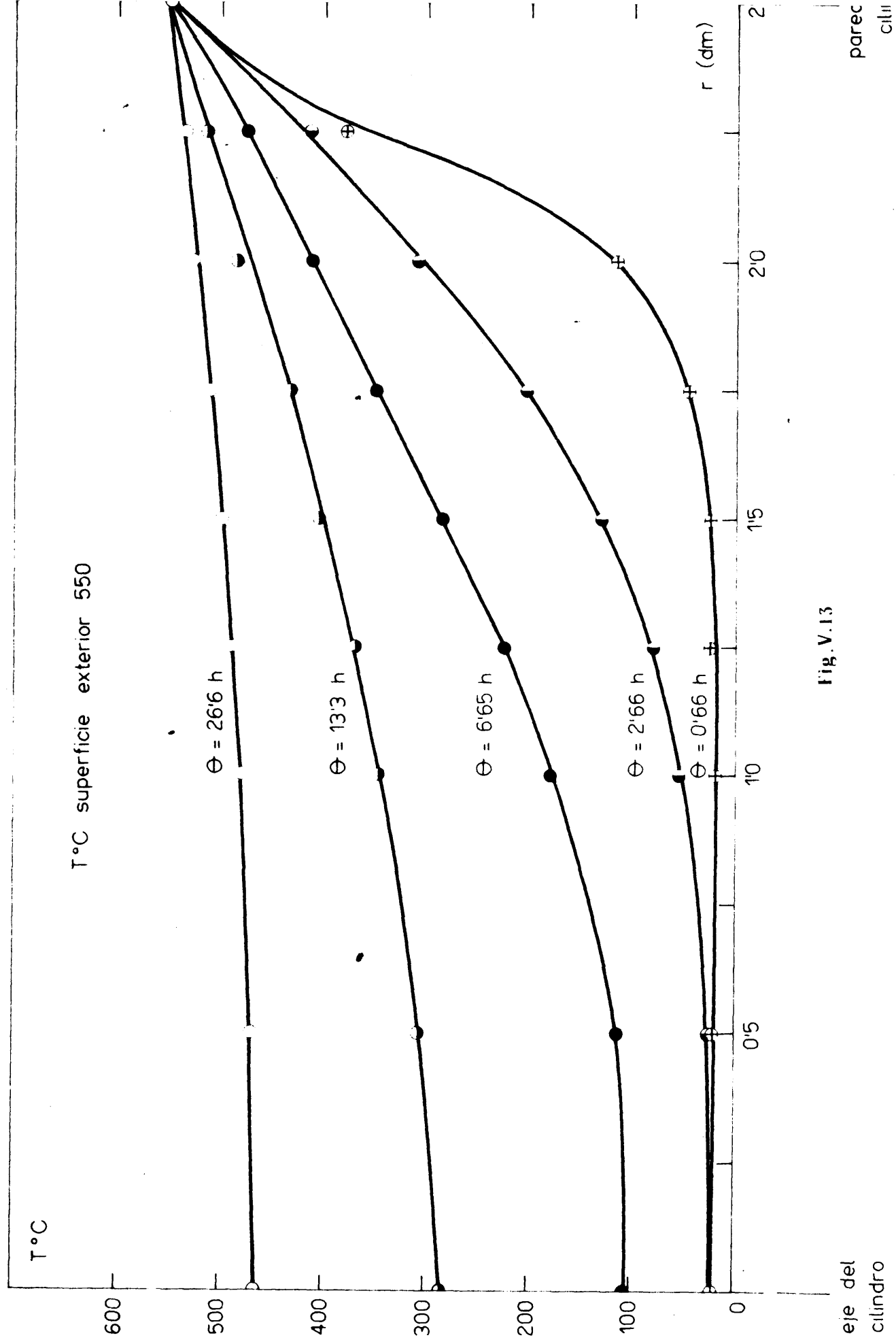


Fig. V.13

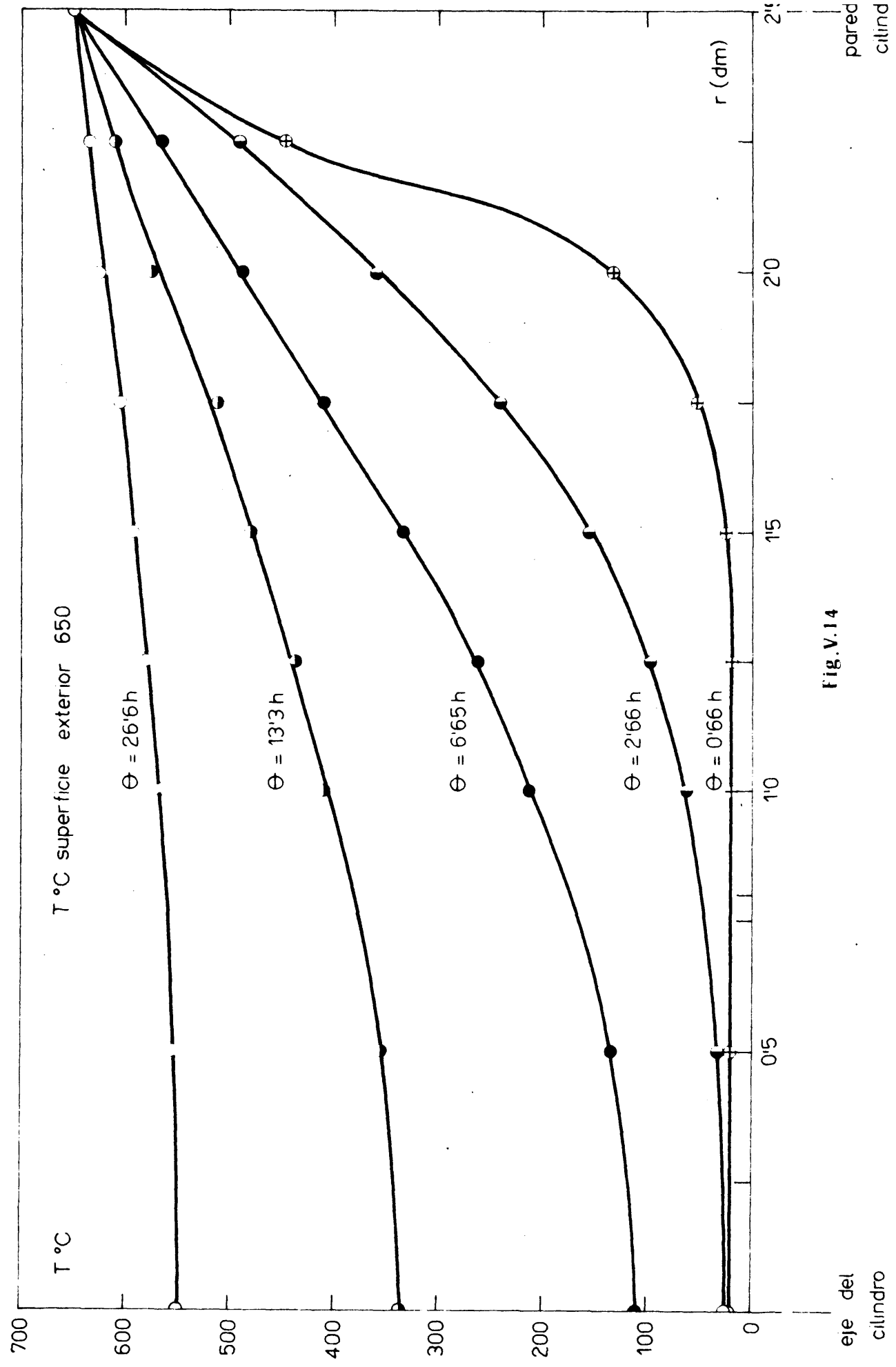


Fig.V.14

pared
cilind

eje del
cilindro

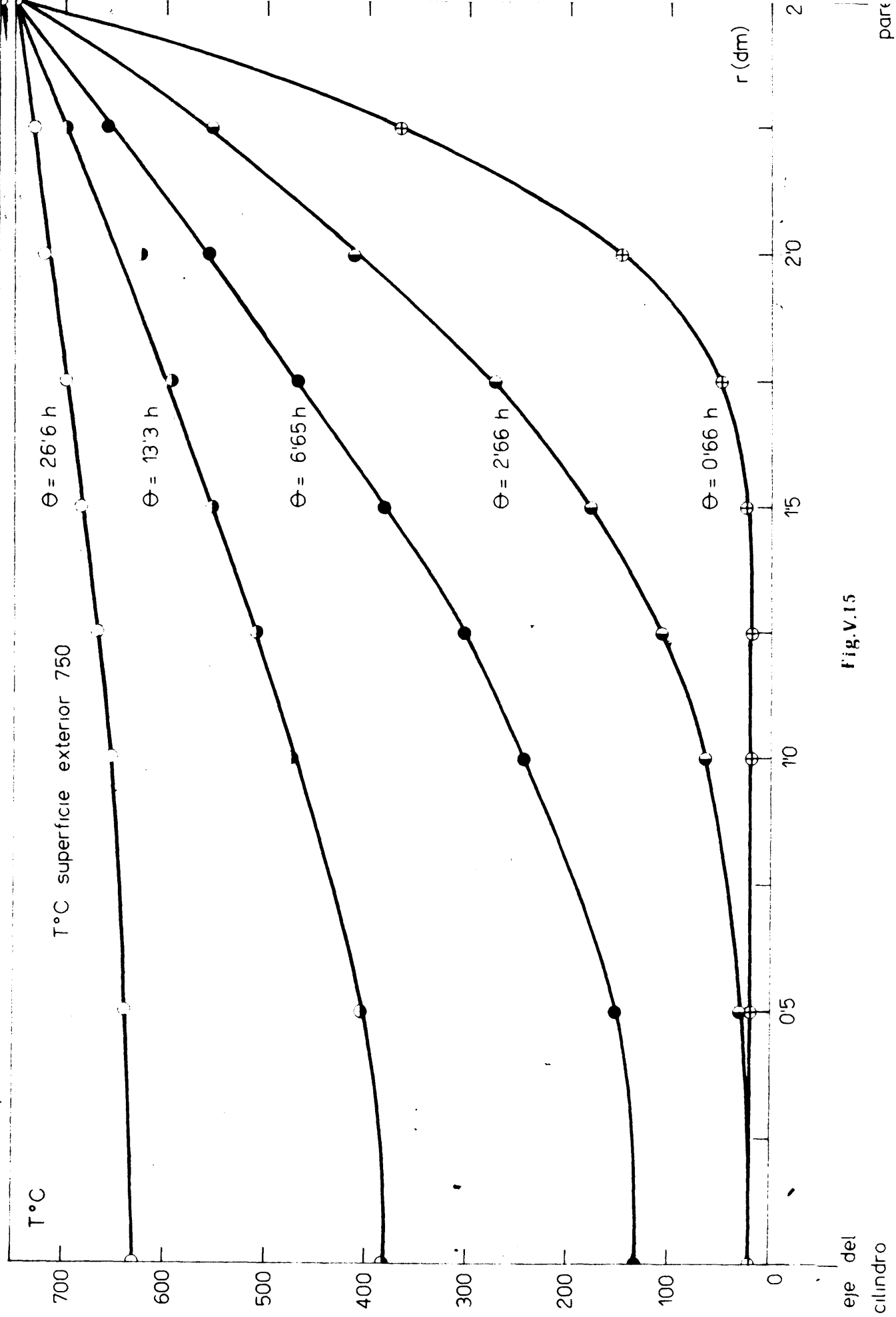
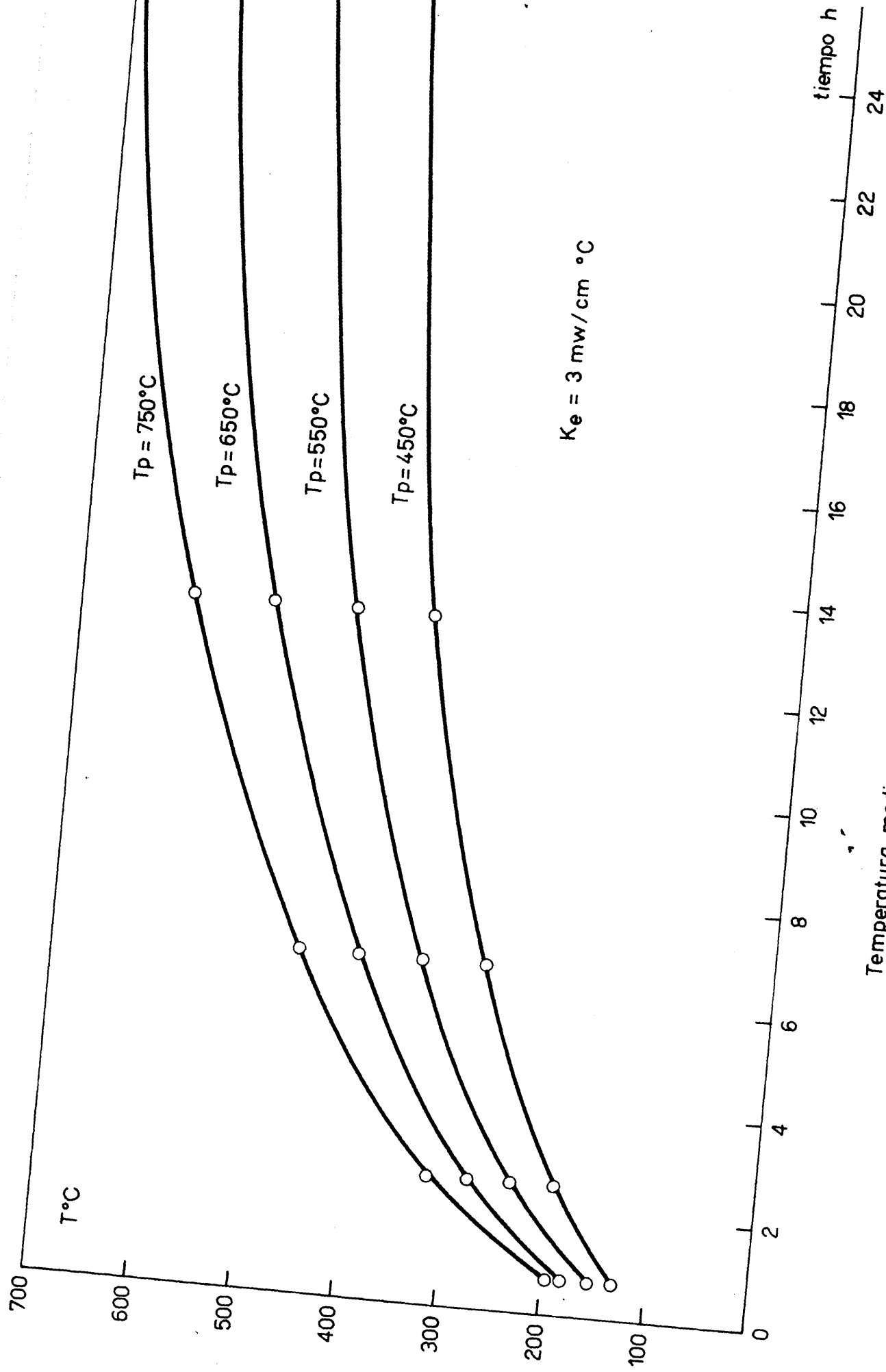


Fig.V.15

pare
cilin



Temperatura media en la bomba para $K_e = 3 \text{ mw/cm } ^{\circ}\text{C}$

Fig.V.16

TABLA V.7.- Valores de T_m en cada corona

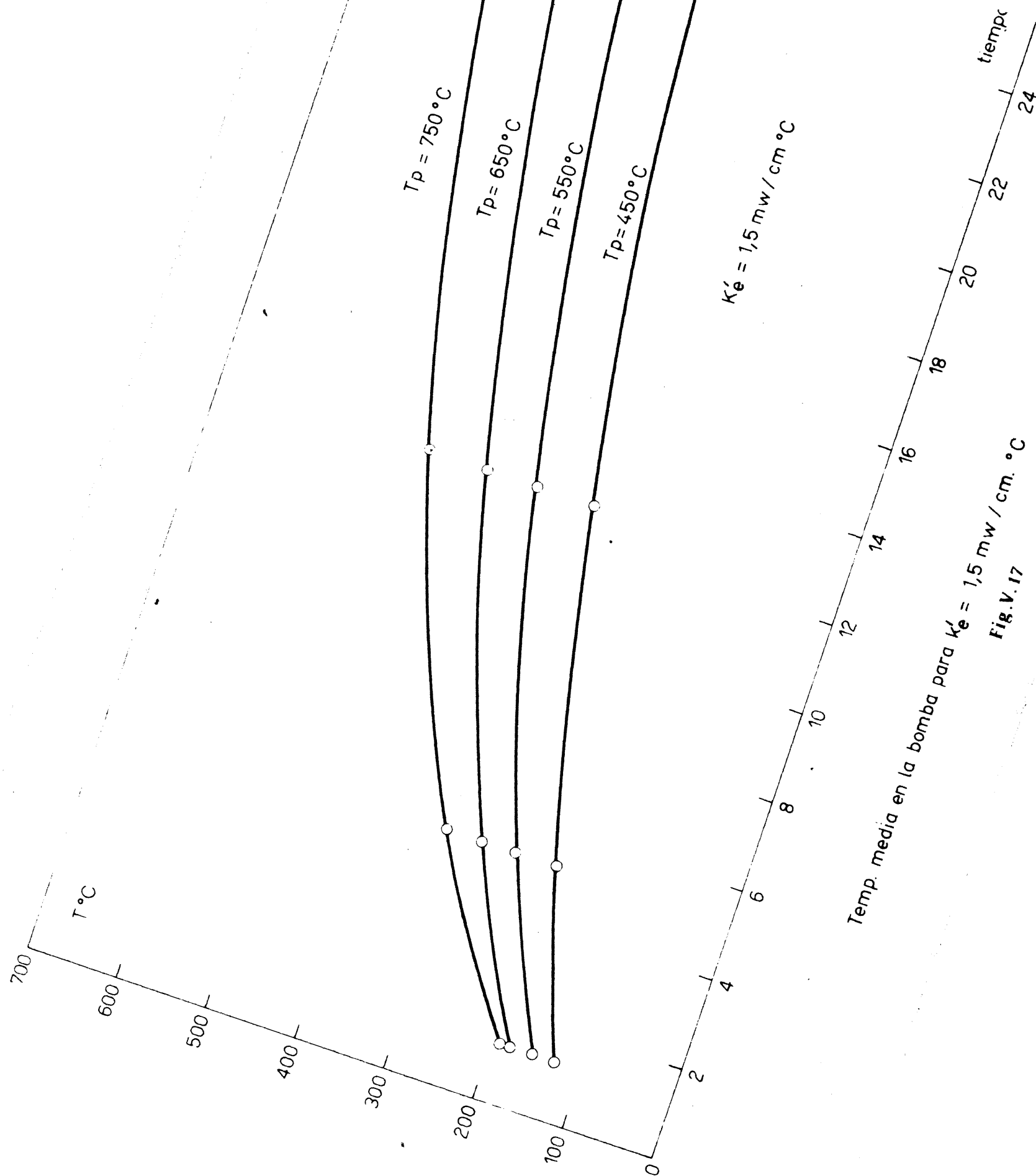
Area de la corona %	T_m en cada corona	
	$t = 0,66 \text{ h}$	$t = 2,66 \text{ h}$
4	20	26,5
12	20	38,25
9	20	61
11	22,15	93
13	32,9	141,5
15	69,45	211,4
17	380,15	395,0

TABLA V.8.- Temperatura media de un reactor de magnesio-termia.

Tiempo horas	Temperatura media °C			
	$T_1 = 450^{\circ}\text{C}$	$T_1 = 550^{\circ}\text{C}$	$T_1 = 650^{\circ}\text{C}$	$T_1 = 750^{\circ}\text{C}$
0,66	129	154	180	195
2,66	197	238	279	318
6,65	280	341	401	460
13,30	357	436	514	592
26,60	419	512	605	698

Para poner de manifiesto la influencia de la conductividad térmica se han representado en la Fig. V.17 las curvas de la temperatura media de un reactor suponiendo una k_e mitad, ó sea $k_e = 1,5 \text{ mw/cm. } ^\circ\text{C}$. Como se ve, - ésto exige un período de calefacción doble para obtener el mismo nivel térmico.

El material refractario de MgF_2 que se utiliza como revestimiento para proteger las paredes interiores - del reactor tiene una k_e superior (Fig. III.15) y siendo de espesor muy pequeño, no actúa como una resistencia térmica apreciable, por lo cual no se ha tenido en cuenta en los cálculos.



Temp. media en la bomba para $k'_e = 1,5 \text{ mW} / \text{cm}^{\circ}\text{C}$
Fig.V.17

5.3.- Bibliografía.

1. "Industrial Carbón" C.L. Mantell. Edit. Van Nostrand Comp. New York.
2. Modern Chemical Processes, Vol. IV, Reinhold Publishing Corp. N.Y.
3. Chemical Engineers' Handbook. John H. Perry, Third Edition, pág. 473.
4. Tesis de Marzo. Rodrigo, L.M. Sección de Moderadores.
5. Harrington, Ch.D. and Ruehle, A.E. "Uranium Production Technology" Van Nostrand Co. New Jersey (1959).
6. Rossini, F.D. "Selected Values of Chemical Thermodynamic Properties" Natl. Bur. Standards, U.S. (1952).
7. Libby, W.F. Columbia University 1944.
8. Rand, M.H. and Kubaschewski, O. "The Thermochemical Properties of Uranium Compounds".
9. Carslaw, H.S. and Jaeger, J.C. "Conduction of Heat in Solids" Oxford University Press (1959).

RESUMEN GENERAL Y CONCLUSIONES.-

RESUMEN GENERAL Y CONCLUSIONES.-

En los capítulos anteriores se presenta un método de medida de la conductividad térmica de lechos granulares como parte del programa de investigación de propiedades del Estado Sólido que en la Sección de Moderadores se lleva a cabo.

El trabajo presenta datos de inmediato interés industrial. Los referidos al Horno Acheson son complemento a un estudio sobre las características eléctricas del mismo realizado en la Sección, y se aplican al cálculo del nivel térmico de la capa calorífuga del horno a lo largo del tiempo. Los referidos a la metalotermia del uranio han contribuido a un mejor control del proceso al suministrar información sobre la temperatura del reactor en la que se verifica la reducción del uranio.

Los resultados obtenidos se reflejan en las siguientes conclusiones:

- Se ha hecho un estudio crítico de las teorías vigentes sobre la transferencia de calor en lechos granulares.

- Se ha montado un equipo para la medida de la conductividad térmica de sistemas granulares entre 100 y 1000 °C. El equipo puede trabajar a presión y a vacío.

- Las fórmulas teóricas propuestas para la conductividad térmica coinciden de un modo aproximado con los datos experimentales encontrados para la alúmina. Se encuentran los mejores valores con las fórmulas de Russel y Laubitz.

- Para sistemas granulares del tipo de la sílice y del coque las fórmulas propuestas por Lord Rayleigh, Deissler, Woodside y Russell no concuerdan ni en valor absoluto ni en variación con la temperatura, al no tener en cuenta la radiación.

- La fórmula de Laubitz II fija con una aproximación muy buena los valores experimentales de la sílice y del coque.

En las medidas de conductividad térmica realizadas:

- La conductividad térmica de la arena Ottawa crece regularmente con la temperatura. La relación es prácticamente lineal a temperaturas bajas y exponencial a temperaturas superiores, como contribución de la radiación.

- La conductividad térmica de la arena aumenta - en valor absoluto a medida que aumenta la densidad de la muestra.

- La conductividad térmica del coque aumenta linealmente con la temperatura en todo el intervalo estudiado.

- El electrocoque de mayor grano presenta una densidad menor, teniendo una conductividad térmica menor que el electrocoque de grano más fino a temperaturas bajas. A temperatura elevada el orden se invierte debido a la influencia de la radiación.

- La conductividad térmica de la mezcla calorífuga del horno Acheson aumenta con la temperatura de una forma prácticamente lineal. El valor absoluto es sensiblemente el mismo que el de la conductividad de sus componentes.

- La conductividad térmica del tetrafluoruro de uranio aumenta linealmente con la temperatura y de una manera notable con la densidad de relleno.

- El magnesio mejora sensiblemente el valor absoluto de la conductividad térmica del tetrafluoruro. Un 14 % de Mg aumenta cuatro veces la conductividad térmica del material.

En el estudio de la capa calorífuga del horno - Acheson:

- La disipación de corriente a través de la capa calorífuga supone un gran aumento de las calorías consumidas. Aún en el caso más favorable, esto es, cuando no se genera calor, las capas interiores de la mezcla calorífuga alcanzan temperaturas superiores a los 2.000 °C, con la consiguiente formación de carborundum.

- Debido a la naturaleza poco conductora y porosa del aislante no parece que sea crítica la dimensión del mismo.

En el estudio de la metalotermia del uranio:

- La conductividad térmica del material resulta crítica por influir de una manera directa en los tiempos de calentamiento.

- Las curvas de mayor tiempo de calefacción suponen una temperatura en el reactor prácticamente uniforme. Para abreviar el tiempo de operación, se puede empezar con una calefacción elevada, sin llegar al límite de cebado de la reacción y luego disminuir el calentamiento para uniformar la temperatura en el interior.